



**INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
EGAS MONIZ**

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**AVALIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS CONES DE
GUTTA-PERCHA UTILIZADOS ATUALMENTE NO
TRATAMENTO ENDODÔNTICO**

Trabalho submetido por
Brigite Alicia Camões de Moura Leite
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

outubro de 2017



**INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
EGAS MONIZ**

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**AVALIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS CONES DE
GUTTA-PERCHA UTILIZADOS ATUALMENTE NO
TRATAMENTO ENDODÔNTICO**

Trabalho submetido por
Brigite Alcía Camões de Moura Leite
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Prof. Doutora Maria Gabriela Machado de Almeida

e coorientado por
Mestre Mário Jorge Rito Dias Pereira

outubro de 2017

Agradecimentos

À minha orientadora Prof. Doutora Gabriela Almeida pelo incentivo, disponibilidade, dedicação e apoio em todas as fases da elaboração deste estudo.

Ao meu coorientador Prof. Mário Rito pelo apoio e disponibilidade na realização deste estudo.

Ao Prof. Doutor José Brito pela disponibilidade e ajuda na análise através da espectroscopia de fluorescência de raios-X dispersiva em comprimento de onda.

À Prof. Tânia Fernandes por toda a simpatia, prontidão e disponibilidade no esclarecimento e análise dos resultados através da espectroscopia de fluorescência de raios-X dispersiva em comprimento de onda.

Ao Prof. Doutor Luís Proença pela disponibilidade e ajuda no tratamento estatístico dos dados obtidos.

À minha mãe pelo apoio incondicional em todos os momentos da minha vida e por tudo o que fez por mim. Sem ti não seria possível.

Ao meu pai que tenho a certeza que me guia todos os dias.

À minha tia Bia pelos conselhos, incentivo e ajuda ao longo do meu percurso académico.

À minha irmã e primas por todo o apoio ao longo da minha vida.

Aos meus amigos Eduardo Rodrigues e Luís Poeiras pelo incentivo, apoio e amizade ao longo destes anos. Sem vocês tudo teria sido mais difícil. Um grande Obrigado!

Aos meus amigos Lara, Marta, Sara, Inês, Teresa, Daniele, Paula, Luís, João Ricardo, Godinho, André, Filipe, Francisco, Ismael, Ferrão, José e João pela amizade e incentivo ao longo destes anos.

RESUMO:

Objetivo: Comparar a composição química dos cones de gutta-percha padronizados nº 20, de oito marcas comercializadas em Portugal (*Bestdent, R&S, Diadent, Proclinic, Zipperer, Dentsply, SybronEndo e Roeko*).

Materiais e Métodos: Os cones de gutta-percha apresentam duas frações, a orgânica (gutta-percha e ceras/resinas) e a inorgânica. A sua separação obteve-se através da dissolução com clorofórmio e centrifugação. Após centrifugação, o *pellet* corresponde à fração inorgânica e o sobrenadante à fração orgânica. A gutta-percha foi obtida através da formação de um precipitado com a acetona; o sobrenadante corresponde às ceras/resinas. A técnica WDXRF permitiu uma análise semi-quantitativa da fração inorgânica.

Resultados: A percentagem de gutta-percha varia entre 14.0% e 19.74% nas diferentes marcas. A percentagem de ceras/resinas varia entre 0.55% e 2.9%. A percentagem de fração inorgânica total varia entre 75.9% e 83.3%. Pela técnica WDXRF identificaram-se os elementos Na, Mg, Al, Si, S, Cl, K, Ca, Ti, Fe, Cu, Zn, Sr e Ba. O Zn é elemento com maior percentagem (40.3% a 50.2%), em todas as marcas. O segundo elemento com maior percentagem (0% a 9.4%) é o Ba. As marcas *Dentsply* e *Zipperer* não apresentaram o elemento Ba.

Os resultados obtidos para as diferentes percentagens de gutta-percha, ceras/resinas, fração orgânica e fração inorgânica, foram submetidos à análise estatística, ANOVA one-way e ANOVA one-way com correção de Brown-Forsythe. Tanto na fração orgânica como na fração inorgânica, todas as marcas apresentaram diferenças estatisticamente significativas entre si ($p < 0.05$).

Conclusões: As diferentes marcas apresentam diferentes percentagens de fração orgânica e inorgânica. Os elementos químicos diferem entre marcas.

Palavras-chave: Gutta-percha, Composição, Química, WDXRF.

ABSTRACT:

Aim: Compare the chemical composition of eight standardized gutta-percha points, number 20, commercially available in Portugal (*Bestdent, R&S, Diadent, Proclinic, Zipperer, Dentsply, SybronEndo e Roeko*).

Materials and Methods: The gutta-percha points have two fractions, the organic (gutta-percha and waxes/resins) and the inorganic. The separation was obtained through the dissolution with chloroform and centrifugation. After centrifugation, the pellet is the inorganic fraction and the supernatant is the organic fraction. The gutta-percha was obtained through the formation of a precipitate with acetone; the supernatant corresponds to the waxes/resins. The WDXRF technique allowed a semi-quantitative analysis of the inorganic fraction.

Results: The percentage of gutta-percha varied between 14.0% and 19.74% in the different brands. The percentage of waxes/resins varied between 0.55% and 2.9%. The percentage of total inorganic fraction varied between 75.9% and 83.3%. The elements Na, Mg, Al, Si, S, Cl, K, Ca, Ti, Fe, Cu, Zn, Sr and Ba were identified with the WDXRF technique. Zn is the element with highest percentage (40.3% to 50.2%) in all brands. The second element with highest percentage (0% to 9.4%) is Ba. Brands *Dentsply* and *Zipperer* did not have the element Ba.

The results for the different percentage of gutta-percha, waxes/resins, organic fraction and inorganic fraction were statistically analyzed with the *one-way* ANOVA test, *one-way* ANOVA test with Brown-Forsythe correction. The organic and inorganic fractions, for all brands, were statistic different ($p < 0.05$).

Conclusions: Different brands have different percentages of organic and inorganic fractions. The chemical elements differ between brands.

Keywords: Gutta-percha, Chemical, Composition, WDXRF.

ÍNDICE GERAL

ÍNDICE DE FIGURAS	6
ÍNDICE DE TABELAS	7
LISTA DE SIGLAS	8
I - INTRODUÇÃO	11
I.1. A endodontia.....	11
I.1.1. Obturação	13
I.1.1.1. Cones de gutta-percha	15
I.1.1.1.1. História	15
I.1.1.1.2. Propriedades	16
I.1.1.1.3. Composição	19
I.1.1.1.4. Solventes.....	20
I.1.1.1.5. Desinfecção	21
I.2. Técnicas Espectroscópicas.....	22
I.3. Importância do estudo.....	25
II - OBJETIVOS E HIPÓTESES	27
II.1.Objetivo geral.....	27
II.2.Objetivos específicos	27
II.3. Hipóteses	27
III - MATERIAIS E MÉTODOS	29
III.1. Local de estudo	29
III.2. Lista de materiais e reagentes	29
III.2.1. Cones de gutta-percha	29
III.2.2. Reagentes	29
III.2.3. Material descartável	29
III.2.4. Equipamentos	31
III.3. Procedimento	31
III.3.1. Análise da fração orgânica	33
III.3.2. Análise da fração inorgânica	35
III.3.3. Técnica de WDXRF	35
III.4. Análise Estatística.....	38
IV - RESULTADOS.....	39
IV.1. Análise da fração orgânica e inorgânica	39

IV.2. Análise da técnica WDXRF	43
V - DISCUSSÃO.....	47
VI - CONCLUSÃO	55
VII - BIBLIOGRAFIA	57

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - A. Isómero do Isopreno; B. Borracha natural: cis poli-isopreno; C. gutta-percha: trans poli-isopreno	42
Figura 2 - A. alfa gutta-percha; B. beta gutta-percha	17
Figura 3 – A. Mecanismo de geração característicos de raios-X. B. Espectrograma....	23
Figura 4 - A - tubo corex contendo 1.0 g gutta-percha. B - tubo corex contendo 1.0g gutta-percha e 10ml clorofórmio. C - Dissolução dos cones de gutta-percha após 24h. D – Separação da fração orgânica e inorgânica após centrifugação.....	32
Figura 5 - Centrifuga programada para 10000 rpm/45minutos.....	33
Figura 6 - Precipitado de gutta-percha após adição de acetona à fração orgânica	33
Figura 7 - Exsicador com sílica gel contendo o precipitado de gutta-percha após filtração	34
Figura 8 - Placa de aquecimento a 60°C com gobelet para obtenção de ceras/resinas...	34
Figura 9 - Equipamento WDXRF.....	36
Figura 10 – A. Copo de polietileno com amostra. B. Copo de polietileno em porta-amostra	36
Figura 11 - Esquema de protocolo.....	37
Figura 12 – Histograma para análise da fração orgânica.....	42
Figura 13 – Histograma para análise da fração inorgânica	42
Figura 14 – Espectrograma da amostra da marca Diadent	41
Figura 15 - Espectrograma da amostra da marca Dentsply	42

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Comparação dos resultados obtidos nos diferentes estudos	20
Tabela 2 - Energia (em keV) dos raios-X, para a análise através da técnica WDXRF (Bruker, 2015)	24
Tabela 3 - Cones de gutta-percha analisados no presente trabalho	30
Tabela 4 - Resultados (%) obtidos de acordo com a metodologia de extração	41
Tabela 5 – Composição elementar através da técnica WDXRF (%).....	46

LISTA DE SIGLAS

α alfa

β beta

°C Grau Celcius

ADA/ANSI American Nacional Standards Institute

Al Alumínio

Ba Bário

BaSO₄ Sulfato de bário

Be Berílio

Ca cálcio

Cd Cádmio

CFC combinação hidróxido de cálcio, metronidazol e ciprofloxacina

CHX clorohexidina

Cl cloro

Cu Cobre

DV desvio padrão

EDTA ácido etilenodiaminotetracético

EDX *Energy dispersive X-ray spectroscopy*

EDXRF *Energy dispersive X-ray fluorescence*

EPMA electron probe X-ray microanalysis

eV electron volt

Fe Ferro

XRF *X-ray Fluorescence*

g gramas

h horas

ISO International Organization of Standardization

K potássio

KeV Kiloelectron volt

Mg magnésio

mm milímetro

ml mililitro

Na sódio

NaOCl hipoclorito de sódio

O oxigénio

ppm partes por milhão

rpm rotação por minuto

Rh ródio

S enxofre

Sr estrôncio

Si Silício

Ti titânio

VM valor médio

WDXRF *Wavelengtht dispersive X-ray fluorescence*

Z número atómico

Zn Zinco

ZnO Óxido de zinco

I - INTRODUÇÃO

I.1. A endodontia

A endodontia está relacionada com a prevenção e o tratamento das patologias da polpa dentária e da região perirradicular. O tratamento endodôntico realiza-se quando a polpa está necrótica ou é necessária a sua remoção para prevenir ou tratar a periodontite apical (European Society of Endodontology, 2006, p. 924).

O sucesso do tratamento endodôntico tem por base uma correta sequência clínica: o diagnóstico da patologia pulpar e periapical, a anestesia local, o isolamento com dique, a preparação da cavidade de acesso, a preparação dos canais radiculares, a obturação e a restauração (Estrela et al., 2017).

Segundo a European Society of Endodontology (2006), a história clínica é essencial para um correto diagnóstico e plano de tratamento. Esta deve incluir as patologias, a medicação, as alergias e a história de dor. O exame clínico deve contemplar a observação extra e intraoral, sendo que, para a identificação do motivo da queixa do paciente, deverão ser aplicados testes de diagnóstico em que se incluem a palpação, a mobilidade, a percussão, o exame periodontal, a oclusão, a possibilidade de fraturas dentárias, os testes de sensibilidade e vitalidade pulpares, a transluminação, a anestesia local seletiva, as radiografias, as alterações da coloração e a presença de fístulas.

O diagnóstico endodôntico permite diferenciar as patologias da polpa em pulpíte reversível, pulpíte sintomática irreversível, pulpíte assintomática irreversível, necrose pulpar e as patologias na região periapical como a periodontite apical sintomática, a periodontite apical assintomática, o abscesso apical agudo, o abscesso apical crónico e a osteíte (AAE, 2009).

Após o diagnóstico a preparação da cavidade de acesso é considerada uma das fases mais importantes do tratamento endodôntico (Adams & Tomson, 2014) e tem como objetivos: a remoção do teto da câmara pulpar, a sua limpeza e o acesso direto aos canais radiculares, devendo-se preservar o máximo de estrutura dentária (European Society of Endodontology, 2006). Previamente, é importante verificar radiograficamente o tamanho e a forma da câmara pulpar, bem como a posição do dente na arcada dentária, de modo a fazer-se um correto planeamento da extensão do acesso uma vez que uma cavidade

reduzida pode alterar a forma de preparação do canal radicular e uma cavidade excessiva favorece as perfurações e as fraturas coronárias ou radiculares (Estrela et al., 2017). Assim, uma cavidade de acesso inadequada pode diminuir o sucesso do tratamento endodôntico, condicionando-o desde a primeira etapa (Adams & Tomson, 2014).

A preparação biomecânica dos canais radiculares pressupõe a remoção do tecido pulpar, a eliminação dos microrganismos, a remoção de detritos e a preparação dos canais radiculares, de modo a permitir uma correta irrigação e a posterior obturação (Carrotte, 2004; European Society of Endodontology, 2006).

A preparação mecânica reduz significativamente os microrganismos dos canais radiculares. Contudo, permanece um remanescente de microrganismos que não são eliminados tendo os irrigantes um papel fundamental a este nível (Young, Parashos, & Messer, 2007). Os irrigantes promovem a limpeza, a lubrificação e a remoção dos detritos dos canais radiculares uma vez que estes apresentam um efeito antibacteriano e uma capacidade de dissolução de matéria sem causarem efeitos adversos nos tecidos periapicais. As soluções irrigantes, tais como o hipoclorito de sódio (NaOCl), a clorohexidina (CHX), o ácido etilenodiaminotetracético (EDTA) e o ácido cítrico, diminuem a infecção endodôntica e contribuem para a desinfecção do canal (Estrela et al., 2014).

O NaOCl como irrigante apresenta capacidade de dissolução de matéria orgânica, sendo usado em concentrações de 0.5 a 6% e a sua eficácia aumenta com a agitação ou irrigação contínua. Durante a instrumentação dos canais radiculares apenas deve ser usado NaOCl, uma vez que este apresenta interações com outros irrigantes, nomeadamente com o EDTA, diminuindo a sua capacidade antimicrobiana. A presença simultânea da CHX e do NaOCl forma no canal radicular um precipitado laranja-acastanhado com potencial carcinogénico. Assim, uma das formas de prevenção da interação química entre estes irrigantes é a lavagem com água ou soro fisiológico entre as duas soluções (Haapasalo, Shen, Qian, & Gao, 2014).

O EDTA apresenta capacidade para dissolver a matéria inorgânica pela sua ação quelante em concentrações de 15% ou de 17%. Este exhibe uma fraca atividade antimicrobiana, sendo utilizado, principalmente, no final do protocolo de irrigação. A sua atividade antimicrobiana resulta do efeito sinérgico com outros irrigantes nomeadamente a CHX que destrói a parede da célula, sendo o EDTA o responsável por destruir a membrana. No

entanto, esta interação (CHX com EDTA) forma um precipitado branco, que pode dificultar as etapas seguintes do tratamento (Haapasalo et al., 2014). Desta forma, o EDTA é usado como irrigante final para dissolução da matéria inorgânica e do *smear layer* resultante da instrumentação (Plotino et al., 2016).

A CHX exibe uma boa atividade antimicrobiana mas não apresenta capacidade de dissolução de matéria orgânica e inorgânica, pelo que não é usada isoladamente como irrigante endodôntico. A sua ação consiste na destruição da parede celular das bactérias resultando na morte das mesmas. Uma vez que a sua capacidade de destruição em concentrações de 2% é inferior à do NaOCl a 1% e 2%, o seu uso deve-se à sua propriedade de substantividade. Assim, destrói os microrganismos mas não os dissolve, havendo a necessidade do uso do NaOCl para este efeito (Haapasalo et al., 2014)

I.1.1. Obturação

A obturação dos canais radiculares pressupõe a inacessibilidade de microrganismos e fluídos aos canais radiculares, incluindo o *foramen* apical e os canais acessórios. Para tal é necessária a combinação de um material semissólido com um cimento. Os materiais de obturação devem apresentar: biocompatibilidade, estabilidade dimensional, capacidade de selamento, radiopacidade, insolubilidade e inalteração na presença de fluídos tecidulares e, em caso de retratamento, facilidade na sua remoção (European Society of Endodontology, 2006).

Existem inúmeros materiais de obturação, nomeadamente cones de gutta-percha, cones de gutta-percha revestidos por resina ou ionómero de vidro e resilon (Tomson, Polycarpou, & Tomson, 2014).

O material de obturação mais empregue são os cones de gutta-percha. Estes cones podem ser padronizados ou não padronizados. Os não padronizados apresentam uma nomenclatura que diz respeito ao tamanho da ponta e corpo, enquanto que os cones padronizados apresentam a mesma conicidade das limas endodônticas de acordo com as especificações publicadas pela International Organization of Standardization (ISO) ou pela American National Standards Institute (ADA/ANSI). Este material deve apresentar como vantagens a plasticidade, a facilidade de manipulação, a baixa toxicidade e a fácil remoção com solventes ou com calor. Como desvantagens destacam-se a fraca adesão à

dentina e a contração por arrefecimento do material (Johnson, Kulild, & Franklin, 2016, p. 298).

Uma alternativa aos cones de gutta-percha convencionais são os cones de gutta-percha revestidos por resina ou por ionômero de vidro que, em combinação com o cimento correspondente, aderem à parede de dentina no canal reduzindo o risco de microinfiltração (Darcey, Roudsari, Jawad, Taylor, & Hunter, 2016).

O resilon é um poliéster de policaprolactona industrial adaptado à prática clínica, sendo uma alternativa aos cones de gutta-percha. Tal como os cones convencionais, o seu tamanho pode ser padronizado ou não padronizado, podendo ser usados com diferentes técnicas de obturação. A adesão do cimento de resina com o resilon e a parede do canal forma um monobloco (Darcey et al., 2016).

Os cimentos são utilizados de modo a preencher as áreas entre o material de núcleo (cones de gutta-percha), os cones gutta-percha acessórios e as paredes do canal radicular. Estes atuam também como lubrificantes durante a obturação dos canais radiculares (Tomson et al., 2014).

Segundo Johnson et al (2016), Grossman estabeleceu que o cimento ideal deverá ter as seguintes propriedades:

1. Estabelecer adesão entre a parede do canal e o próprio cimento;
2. Criar um selamento hermético;
3. Apresentar radiopacidade;
4. Formulação em pó fino para que se possa misturar facilmente com o líquido;
5. Não contrair após a presa;
6. Não provocar coloração da estrutura dentária;
7. Ser bacteriostático ou, pelo menos, não favorecer o crescimento bacteriano;
8. Apresentar um tempo de presa lento;
9. Ser insolúvel na presença de fluidos tecidulares;
10. Ser tolerável pelos tecidos, isto é, não irritante para os tecidos periapicais;
11. Ser solúvel em solventes, para em caso de retratamento ser facilmente removido.

No entanto, nenhum cimento exibe todas estas propriedades, não existindo ainda nenhum material ideal. Atualmente existem vários grupos de cimentos endodônticos tendo em conta a sua formulação, tais como os de óxido de zinco eugenol, de hidróxido de cálcio,

à base de ionómero de vidro, os resinosos, à base de silicone e os biocerâmicos à base de cálcio e silicato. Independentemente do cimento, todos apresentam toxicidade durante o tempo de presa (Johnson et al., 2016), sendo a resposta tecidual dependente do nível de obturação apical e da composição do material. No que diz respeito à união entre a dentina radicular e os cones de gutta-percha, os cimentos resinosos apresentam resultados superiores quando comparados com os cimentos de óxido de zinco eugenol, de ionómero de vidro e de hidróxido de cálcio (Silveira, Soares, Nunes, & Mordente, 2007).

As técnicas de obturação combinam estes materiais de forma a obter-se um selamento apical adequado, existindo várias técnicas tais como a compactação lateral a frio, a compactação lateral a quente, a compactação vertical a quente, a compactação termomecânica, *carrier-based* e o cone único. A compactação lateral a frio é considerada a técnica *gold standard*, uma vez que muitas vezes serve de comparação em relação a outras técnicas de obturação (Tomson et al., 2014). Esta técnica consiste na escolha de um cone principal de gutta-percha que corresponde ao comprimento final de trabalho. Posteriormente, este é coberto com cimento e condensado lateralmente com o auxílio de um condensador digital. Por fim, o canal é preenchido com cones de gutta-percha acessórios até a obturação estar completa (Darcey et al., 2016).

I.1.1.1. Cones de gutta-percha

I.1.1.1.1. História

A evidência histórica da gutta-percha remonta a 1656, no livro de John Tradescant, onde declarava: “*The plyable mazer wood, being warmed in water, will-work to any form*”, acreditando-se que este se referia à gutta-percha pois era o único material com tais características (Goodman, Schilder, & Aldrich, 1974, p. 954).

A “*Mazer wood*” trazida das regiões tropicais da Ásia, ao longo de 200 anos, mas só no início dos anos 1840 obteve a denominação de gutta-percha conduzindo assim à sua aplicação na arte, ciência e fabrico de vários materiais tais como: instrumentos cirúrgicos, mapas, vestuário, bolas de golf, entre outros, devido à sua propriedade maleável após o aquecimento e de dimensões estáveis em água fria (Goodman et al., 1974, p. 955).

O Dr. Asa Hill, um dentista de Connecticut, foi o responsável pela introdução deste material na Medicina Dentária, como resultado de uma investigação para um material de restauração, que consistia numa mistura de gutta-percha, carbonato e quartzo, que descreveu como “Hill’s Stopping”, em 1847. Como material de obturação radicular foi descrito, em 1867, pelo Dr. G.A. Bowman e em 1887 a S.S. White produzia cones de gutta-percha (Gatewood, 2007, p. 696).

I.1.1.1.2. Propriedades

A gutta-percha tem origem nas árvores *Paladium gutta*, da família *sapotaceae* (Marciano & Michailenco, 1989), que são naturais do Brasil, Indonésia e Malásia. O isopreno (C_5H_8) apresenta dois polímeros do mesmo monómero: o isómero *cis*, na borracha natural, e o isómero *trans*, na gutta-percha (Figura 1) (Gatewood, 2007). Isto resulta em diferentes propriedades mecânicas e térmicas. Consoante a interação mecânica das cadeias do polímero, variam o comprimento, a orientação e os radicais laterais da molécula (Goodman et al., 1974).

A estrutura do isómero *cis* é menos linear, permitindo assim uma maior mobilidade entre as duas cadeias, conferindo elasticidade à borracha natural, enquanto a estrutura do isómero *trans* é mais linear e cristaliza mais rapidamente, tornando a gutta-percha mais dura, frágil e menos elástica do que a borracha natural (Goodman et al., 1974; Gurgel-Filho et al., 2003).

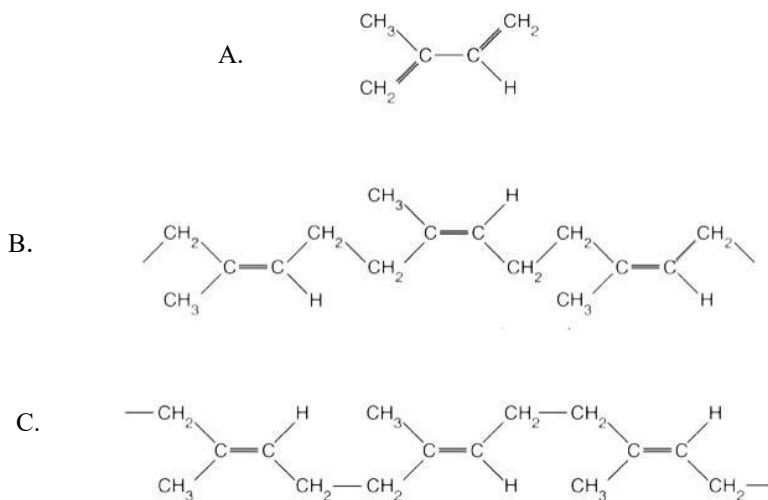
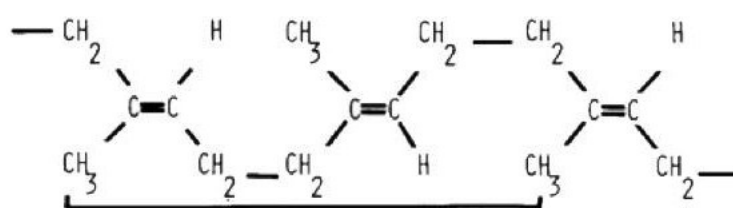


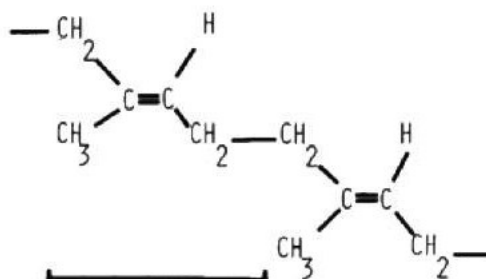
Figura 1 - A. Isómero do Isopreno; B. Borracha natural: cis poli-isopreno; C. gutta-percha: trans poli-isopreno (adaptado de Gatewood, 2007)

A estrutura molecular e o estado físico são alterados consoante a temperatura. Assim, a orientação da molécula sofre alterações a temperatura mais altas e a estrutura torna-se amorfa. A temperaturas baixas, o material é rígido, sendo que as cadeias laterais mantêm a sua orientação.

Em 1942, C.W Bunn verificou que a gutta-percha apresenta duas formas cristalinas: a fase alfa e a fase beta, sendo que a diferença entre ambas reside na configuração da ligação simples do carbono e na distância de repetição molecular. Estas variações apenas alteram as propriedades térmicas e volumétricas mas não as mecânicas (Figura 2) (Goodman et al., 1974).



A. Distância de repetição Molecular



B. Distância de repetição Molecular

Figura 2 - A. alfa gutta-percha; B. beta gutta-percha (adaptado de Goodman et al, 1974)

A fase alfa é a forma de gutta-percha que existe na natureza. Adquire uma forma amorfa quando mantida a temperaturas superiores a 65°C, podendo voltar a cristalizar para a fase alfa ou beta, consoante a velocidade de arrefecimento: alfa se muito lentamente (0,5°C por hora), ou beta mais rapidamente. A fase beta é característica da gutta-percha endodôntica (Goodman et al., 1974). No entanto, algumas marcas produzem gutta-percha em fase alfa (Combe, Cohen, & Cummings, 2001).

Na análise térmica da gutta-percha em fase beta, verificou-se que existiam dois picos endotérmicos, que correspondiam à transição entre as duas formas cristalinas.

Inicialmente nas temperaturas de 42°C e 49°C, em que há a transição da fase beta para a fase alfa e posteriormente, aos 53°C e 59°C, em que há transição da fase alfa para a amorfa (Schilder, Goodman, & Aldrich, 1974). No entanto, Maniglia-Ferreira et al (2007) no seu estudo verificou que o primeiro pico se situava entre 48.6°C a 55.7°C, enquanto que o segundo pico se situava, entre 59.9 a 62.3°C e que o aquecimento a 130°C origina alterações físicas ou deterioração.

Na prática clínica, para que não haja uma deformação permanente e/ou alteração das propriedades químicas dos cones de gutta-percha, a sua plastificação deve ser cuidadosa. Assim, antes da condensação e corte dos cones da gutta-percha, o condensador deverá ser aquecido durante apenas alguns segundos (Maniglia-Ferreira et al., 2007).

As propriedades mecânicas dos cones de gutta-percha foram testadas por Friedman, Sandrik, Heuer & Rapp (1977), no que diz respeito ao:

1. Limite de escoamento - a tensão na qual a amostra exhibe uma quantidade específica de deformação plástica (deformação que não é recuperada quando se remove a força externa) (Anusavice, 2011, p. 49);
2. Resistência à tração - Tensão à tração no instante de fratura (Anusavice, 2011, p. 49);
3. Resiliência – quantidade relativa de energia elástica por unidade de volume que é suportada e libertada ao remover a carga (Anusavice, 2011, p. 48);
4. Módulo de elasticidade - rigidez relativa de um material sendo a razão entre tensão elástica e a deformação elástica (Anusavice, 2011, p. 48);
5. Flexibilidade - deformação de flexão que ocorre quando o material é levado ao limite proporcional (Anusavice, 2011, p. 55);
6. Percentagem alongamento - quantidade máxima de deformação plástica que a amostra pode suportar antes da sua fratura durante uma experiência de tração (Anusavice, 2011, p. 48).

Os resultados deste estudo indicam que as diferenças entre os cones de gutta-percha das diferentes marcas relacionam-se com a sua composição química, nomeadamente com a quantidade dos componentes das duas frações orgânica e inorgânica (Friedman et al., 1977).

Relativamente à fração orgânica dos cones de gutta-percha, a quantidade de gutta-percha incorporada está correlacionada com o limite de escoamento e a resistência à tração, o

qual aumenta proporcionalmente com a quantidade de gutta-percha. A quantidade de gutta-percha também apresenta influência na resiliência, módulo de elasticidade, no entanto, os resultados obtidos até à data não são estatisticamente significativos (Friedman et al., 1977).

No que diz respeito à fração inorgânica, a percentagem de alongamento é inversamente proporcional à quantidade de óxido de zinco (ZnO) presente nos cones de gutta-percha, ou seja, quanto maior a quantidade de óxido de zinco, menor a percentagem de alongamento (Friedman et al., 1977).

Na prática clínica, os cones com maior quantidade de gutta-percha apresentam maior flexibilidade, uma propriedade importante durante o preenchimento dos canais. Sendo também necessário um elevado limite de escoamento. Elevadas percentagens de óxido de zinco podem impedir que os cones de gutta-percha sofram deformação plástica ocorrendo a sua fratura (Friedman et al., 1977).

I.1.1.1.3. Composição

A gutta-percha como material endodôntico apresenta componentes orgânicos e inorgânicos, cujas percentagens exatas são normalmente propriedade de cada fabricante. Por norma, contém um quarto de componentes orgânicos (gutta-percha e ceras/resinas) e três quartos de componentes inorgânicos (sulfatos metálicos e óxido de zinco) (Gatewood, 2007), devendo apresentar mais de 17% de gutta-percha e menos de 3% de ceras/resinas (Maniglia-Ferreira et al., 2005). Estes constituintes apresentam propriedades específicas sendo que a gutta-percha corresponde à matriz, o óxido de zinco ao enchimento, o sulfato de bário confere radiopacidade e as ceras/resinas atuam como plastificantes (Friedman, Sandrik, Heuer, & Rapp, 1975). A atividade antimicrobiana é atribuída ao óxido de zinco (Moorer & Genet, 1982). Podem ser adicionados antimicrobianos tais como: hidróxido de cálcio, CHX e iodofórmio, de modo a que os cones apresentem propriedades desinfetantes (Ørstavik, 2005).

Têm sido realizados alguns estudos sobre a composição dos cones de gutta-percha (tabela 1) sendo que Friedman, Sandrik, Heuer & Rapp (1977) reportaram que as quantidades relativas dos componentes são: 18.9-21.8% de gutta-percha são de, 59.1-75.3% de óxido de zinco, 1.5-17.3% de sulfatos e 1.0-4.1% de ceras/resinas. Contudo, Marciano &

Michailescu (1989), verificaram uma menor quantidade de óxido de zinco, 36.6-74.6% e uma maior quantidade de sulfato de bário 2.8-31.2%.

Gurgel-Filho et al (2003), verificaram que a quantidade de gutta-percha 14.5-20.4%, óxido de zinco 66.5-84.3%, sulfato de bário 0-11.4%, ceras/resinas 1.2-3.1%. concluindo que o método descrito por Friedman et al (1977) era apropriado para quantificar a gutta-percha e as ceras/resinas, porém, sobrestimava e subestimava a percentagem de sulfato de bário e o óxido de zinco, respectivamente. Por este motivo, propôs o método da microanálise elementar para quantificar estes componentes. A ausência de sulfato de bário até à data não tinha sido reportado na literatura.

No trabalho reportado por Maniglia-Ferreira et al (2005), verificou-se que a quantidade de gutta-percha, de óxido de zinco, de Sulfato de bário e de ceras/resinas são semelhantes aos resultados obtidos por Gurgel-Filho et al. (2003).

Tabela 1 - Comparação dos resultados obtidos nos diferentes estudos

Gutta-percha (%)	Ceras/Resinas (%)	BaSO₄ (%)	ZnO (%)	Referência
18.9 - 21.8	1.0 - 4.1	1.1 - 17.3	59.1 - 75.3	(Friedman et al., 1977)
17.7 - 45.9		3.2 - 31.2	36.6 - 74.6	(Marciano & Michailescu, 1989)
14.5 - 20.4	1.2 - 3.1	0.0 - 11.4	66.5 - 84.3	(Gurgel-Filho et al., 2003)
15.2 - 21.6	1.5 - 10.4	0.0 - 4.6	69.8 - 81.9	(Maniglia-Ferreira et al., 2005)

I.1.1.1.4. Solventes

O tratamento endodôntico tem como objetivo o selamento e o preenchimento radicular. No entanto, se este falhar, e caso haja indicação, é necessário proceder-se ao retratamento. Assim, é necessária a remoção do material de preenchimento, a gutta-percha (Tanomaru-Filho, Orlando, Bortoluzzi, da Silva, & Tanomaru, 2010). Esta é facilmente removida com solventes orgânicos e óleos essenciais. Neste contexto, diferentes solventes têm sido utilizados embora seja necessário ter em consideração a eficácia na dissolução do material endodôntico (Magalhaes, Johann, Lund, Martos, & Del Pino, 2007).

Os solventes com maior eficácia na dissolução da gutta-percha apresentam elevada toxicidade e potencial cancerígeno, como o clorofórmio e o xilol (Oyama, Siqueira, & Santos, 2002). O eucaliptol, um óleo essencial, apresenta efeito antibacteriano e propriedades anti-inflamatórias, tendo vindo a ser explorado como solvente na endodontia, devido à sua segurança, biocompatibilidade e ausência de potencial cancerígeno (Magalhaes et al., 2007).

Tanomaru-Filho et al. (2010), realizaram um estudo cujo objetivo foi avaliar a efetividade do xilol, do eucaliptol e do óleo de laranja. Conclui-se que o xilol foi o mais eficaz, embora todas as substâncias apresentassem ação solvente. Globalmente o xilol e o eucaliptol são os solventes mais utilizados (Oyama et al., 2002; Tanomaru-Filho et al., 2010)

I.1.1.1.5. Desinfecção

Os cones de gutta-percha são produzidos em condições de assepsia. No entanto, pode haver contaminação durante o seu manuseamento, tanto por aerossóis como por fontes físicas durante o processo de armazenamento (Motta et al., 2001).

Devido às suas características termoplásticas, os cones de gutta-percha não podem ser esterilizados por calor seco ou húmido, pois estes tratamentos podem causar modificações na sua estrutura (Prado, Gusman, Gomes, & Simo, 2011). Por conseguinte, está indicado o recurso a agentes químicos para esterilização a frio, sendo que, de acordo com o agente utilizado, o tempo de esterilização pode variar (Gomes et al., 2005). Diversos agentes químicos têm sido utilizados na desinfecção dos cones de gutta-percha, tais como, o glutaraldeído, o álcool, o peróxido de hidrogénio, o iodo, o NaOCl e a CHX (Prado et al., 2011). Estes agentes devem ser eficazes na eliminação de diferentes espécies bacterianas, tais como o *Enterococcus faecalis*, a bactéria mais comum que é associada à infeção pós tratamento do sistema de canais radiculares (Nabeshima, de Lima Machado, Borges Britto, & Pallotta, 2011).

Diversos estudos demonstraram a eficácia do NaOCl a 5.25% em bactérias gram-positivas, gram-negativas e esporos após um minuto (Gomes et al., 2005; Senia et al., 1975; Siqueira, da Silva, Cerqueira M das, Lopes, & de Uzeda, 1998). O Glutaraldeído a 2%,

o álcool a 70% e a CHX a 2% nem após 10 minutos apresentam o mesmo efeito (Siqueira et al., 1998).

Segundo Hamza, Gufran, & Baroudi (2015), o hipoclorito de sódio a 5.25% necessita de um minuto para eliminar os *Enterococcus faecalis* enquanto que a CHX a 2% e o CFC (combinação hidróxido de cálcio, metronidazol e ciprofloxacina) que necessitaram de cinco minutos. Contudo, é necessário avaliar outras variáveis como a energia livre superficial, a molhabilidade, a alteração das superfícies e as características físicas.

Após a desinfecção, é necessária a lavagem dos cones de gutta-percha com água destilada, uma vez que o hipoclorito de sódio a 5.25% em contacto com a gutta-percha leva à formação de cristais de cloreto (Prado et al., 2011).

1.2. Técnicas Espectroscópicas

O estudo de materiais em Medicina dentária permite prever o comportamento e obter informações quanto às características físicas, químicas ou biológicas, quer sejam materiais orgânicos ou inorgânicos (Queiroz, Marochio, Benetti, Tango, & Junior, 2012).

Para a análise quantitativa e qualitativa dos elementos que os compõem, procura-se aplicar técnicas que não sejam destrutivas (Uo, Wada, & Sugiyama, 2015), como é o caso da espectroscopia de fluorescência de raios-X (*X-ray Fluorescence*). Esta pode ser dividida em duas classes, a espectroscopia de fluorescência de raios-X dispersiva em energia (*Energy dispersive X-ray fluorescence* - EDXRF) e a espectroscopia de fluorescência de raios-X dispersiva em comprimento de onda (*Wavelength dispersive X-ray fluorescence* - WDXRF) (Cesareo, 2010). Ambas as técnicas emitem um feixe de raios-X em direção à amostra e captam através de um detetor, a energia dos eletrões provenientes da mesma (Queiroz et al., 2012).

Como representado na figura 3, os eletrões ocupam diferentes níveis energéticos, em redor do núcleo do átomo. Estes níveis podem ser denominados com as letras K, L e M. O nível mais interno é corresponde à letra K. A energia necessária para ionizar os eletrões é maior nos níveis mais internos (Bruker, 2016).

Assim, quando um feixe de raios-X atinge a amostra, ocorre o efeito fotoelétrico. Isto é, quando um fóton com determinada energia atinge a amostra, o eletrão do nível mais

interno absorve a sua energia. O elétron é ionizado, o seu local fica livre, sendo posteriormente preenchido por outro elétron. Os elétrons transitam dos níveis mais externos para os níveis mais internos. Esta transição resulta na emissão de fótons e a energia corresponde à diferença entre os dois níveis. (figura 3 A). Como cada elemento apresenta elétrons com níveis energia específica, a energia de raios-X emitidos é específica de cada elemento, sendo expressas em *Kiloelectron volt* (keV). Como representado na figura 3 B e de acordo com a tabela 2 (Uo et al., 2015).

Os raios-X interagem com a matéria de três formas: absorção, dispersão e emissão. A dispersão dos raios-X pode ocorrer com perda de energia (dispersão de *Compton*) ou sem perda de energia (dispersão de *Rayleigh*) dos fótons incidentes. A dispersão de *Compton* está relacionada com elementos de baixo número atômico e altas energias de Raios-X. Isto é, quando o fóton colide com o elétron e a sua energia é superior à necessária para ionizar o elétron, este perde parte da energia. A dispersão de *Rayleigh* está relacionada com elevados números atômicos e baixa energia de raios-X. Esta ocorre quando energia de radiação incidente é igual a necessária para ionizar o elétron, sendo que o elétron não é ionizado (Cesareo, 2010).

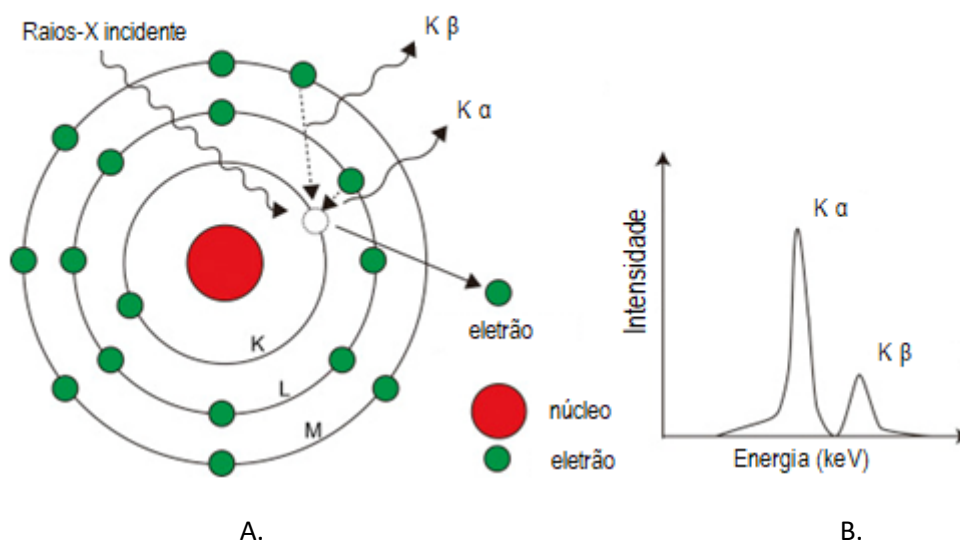


Figura 3 – A. Mecanismo de geração característicos de raios-X. B. Espectrograma (Uo et al., 2015)

Tabela 2 - Energia (em keV) dos raios-X, para a análise através da técnica WDXRF (Bruker, 2015)

Z	Elemento	Kα1	Kβ1	Lα1	Lβ1
11	Na	1.040	-	-	-
12	Mg	1.254	1.320	-	-
13	Al	1.486	1.557	-	-
14	Si	1.740	1.837	-	-
16	S	2.309	2.465	-	-
17	Cl	2.662	2.812	-	-
19	K	3.314	3.590	-	-
20	Ca	3.692	4.013	0.341	0.345
22	Ti	4.512	3.933	0.452	0.458
26	Fe	6.405	7.059	0.705	0.718
29	Cu	8.046	8.904	0.928	0.947
30	Zn	8.637	9.570	1.012	1.035
38	Sr	14.165	15.835	1.806	1.871
56	Ba	32.194	36.378	4.466	4.828

As técnicas de EDXRF e de WDXRF permitem identificar e quantificar os raios-X provenientes de todo o tipo de amostras. O espectro é expresso em picos que indicam o tipo e quantidade de cada elemento químico presente na amostra. Ambos, permitem a detecção de elementos químicos com peso superior ao sódio, ou seja, com número atômico (Z) superior a 11 (Queiroz et al., 2012).

O sistema de WDXRF emite radiações de alta energia, que é difratada por cristais sob diferentes ângulos para separar os comprimentos de onda dos raios-X. A intensidade dos picos está relacionada com a concentração enquanto que a posição permite identificar cada elemento químico (Cesareo, 2010; Queiroz et al., 2012). Esta técnica é capaz de fornecer resultados mais precisos e com melhor resolução nos espectros, quando comparada com a técnica EDXRF (Queiroz et al., 2012), ou seja, apresenta melhor resolução, sensibilidade e capacidade para detetar elementos químicos mais pequenos, fazendo com que possam ser detetadas concentrações baixas (da ordem das partes por milhão, ppm) (Ul-Hamid, Tawancy, Mohammed, Al-Jaroudi, & Abbas, 2006).

I.3. Importância do estudo

Atualmente, a maioria das marcas que produzem cones de gutta-percha, não especificam a quantidade dos diferentes elementos da composição química. Assim, pela análise da composição descrita pelos fabricantes não é possível extrapolar possíveis interações, como também não é possível uma correta previsibilidade de resultados. Atualmente, em Portugal, existem disponíveis cones de gutta-percha de várias marcas comerciais. Desta forma, será importante avaliar se os resultados são equivalentes com os resultados apresentados em estudos anteriores, bem como avaliar as diferenças entre as composições químicas das várias marcas, uma vez que se encontra descrito que diferentes composições químicas têm várias implicações no tratamento endodôntico. Torna-se imperativo a obtenção de conclusões sólidas, uma vez que, a composição química dos diferentes cones de gutta-percha não se encontram detalhada pelos fabricantes.

II - OBJETIVOS E HIPÓTESES

II.1.Objetivo geral

Avaliar a composição química dos cones de gutta-percha utilizados atualmente no tratamento endodôntico.

II.2.Objetivos específicos

- Determinar e comparar a composição química dos cones de gutta-percha;
- Analisar a composição química tendo em conta os parâmetros descritos na bibliografia.

II.3. Hipóteses

Hipótese Nula (H0)

- As diferentes marcas de cones de gutta-percha não apresentam diferentes percentagens de constituintes nas suas duas frações.

Hipótese alternativa (H1)

- As diferentes marcas de cones de gutta-percha apresentam diferentes percentagens de constituintes na sua fração orgânica;
- As diferentes marcas de cones de gutta-percha apresentam diferentes percentagens de constituintes na sua fração inorgânica.

III - MATERIAIS E MÉTODOS

III.1. Local de estudo

Este trabalho de investigação realizou-se no laboratório de Química e no Laboratório WDRFX do Instituto Superior de Ciências da Saúde Egas Moniz.

III.2. Lista de materiais e reagentes

III.2.1. Cones de gutta-percha

Foram utilizados cones de gutta-percha, padronizados nº20, de oito marcas comercializadas em Portugal (*Bestdent*, *R&S*, *Diadent*, *Proclinic*, *Zipperer®*, *Dentsply*, *SybronEndo*, *Roeko*,). A composição química descrita pelo fabricante encontra-se listada na tabela 3.

III.2.2. Reagentes

- Clorofórmio 99.2% (VWR International S.A.S., Fontenay-sous-Bois, França)
- Acetona 99.5% (Scharlab S.L., Barcelona, Espanha)

III.2.3. Material descartável

- Filtros diâmetro 130mm (ROGO-SA MAPAIC filtros RS, Wissous, França)
- Filme Prolene® 4 µm (Chemplex Industries Inc., Palm City, USA)
- Copo de polietileno 35.8 mm (Chemplex Industries Inc., Palm City, USA)

Tabela 3 - Cones de gutta-percha analisados no presente trabalho

Marca/Fabricante	Composição	Lote	Validade
Bestdent Pearl Dent Co. Ltd	Gutta-percha; Óxido de zinco; Sulfato de bário; Agente colorante.	J1G215	02/2021
R&S CFPM	Gutta-percha; Óxido de zinco; Sulfato de bário; Agente de coloração.	010617	05/2021
Diadent Tiajin Diadent Co. Ltd	Gutta-percha; Óxido de zinco; Sulfato de bário.	010416	03/2020
Proclinic Pearl Dent Co. Ltd	Gutta-percha; Óxido de zinco; Sulfato de bário; Agente de coloração.	J1F1212	12/2020
		J1F624	06/2020
Zipperer VDW GmbH	Gutta-percha; Óxido de zinco; Pigmentos orgânicos	178311	07/2020
DentsplyMaillefer DentsplyMaillefer	Não especificado	021016	09/2020
SybronEndo SybronEndo	Gutta-percha; Óxido de zinco; Sulfato de bário; Agentes de coloração.	GE16020041	01/2019
Roeko Coltene	Gutta-percha; Óxido de zinco; Sulfato de bário; Agente de coloração.	H67937	01/2022
		H44228	09/2021
		H87594	04/2022

III.2.4. Equipamentos

- Tubos centrífuga Corex 8441 de 15 ml (USA)
- Adaptador para tubo de centrífuga corex 8441 (USA)
- Centrífuga Eppendorf 5810R (Eppendorf AG, Hamburg, Alemanha)
- Rotor F 24-6-28 (Eppendorf AG, Hamburg, Alemanha)
- Balança Analítica 1LJ 220-4NM (KERN & SOHN GmbH, Baligen, Alemanha)
- Agitador: agimatic-N (JP Selecta SA, Abrera, Barcelona)
- Estufa (Labolan S.L., Navarra, Espanha)
- WDXRF S4 Pioneer (Bunker AXS GmbH, Karlsruhe, Alemanha)

III.3. Procedimento

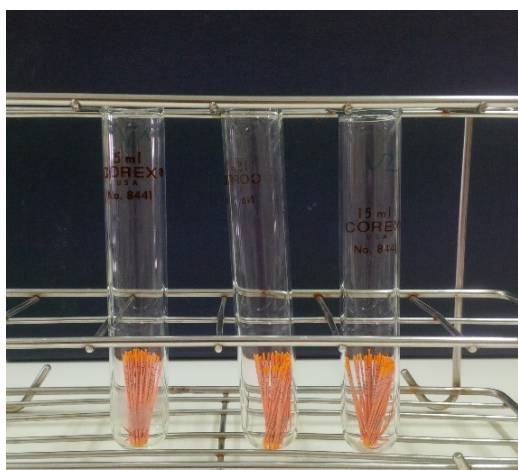
Para determinar a composição química dos cones de gutta-percha foi realizado o seguinte protocolo (figura 11):

Colocou-se 1.0g de cones de gutta-percha num tubo de centrífuga corex (previamente determinou-se a sua massa) ao qual se adicionou 10ml de clorofórmio (Figura 4 A. e B.). Para total dissolução do material o tubo foi deixado sobre agitação magnética durante 24h. (Figura 4 C.) Após este período de tempo a barra magnética foi retirada¹ e o tubo foi centrifugado a 10000rpm durante 45 minutos (Figura 5).

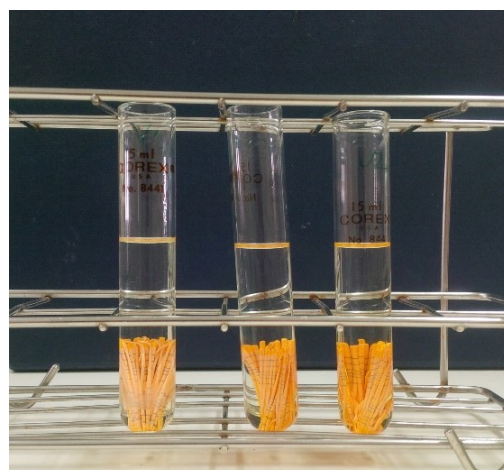
Após este passo, obteve-se a separação do *pellet* composta por componentes inorgânicos: óxido de zinco e sulfato de bário e do sobrenadante (componentes orgânicos: gutta-percha e ceras/resinas) (Figura 4 D) o qual foi decantado para um gobelet² (previamente determinou-se a sua massa).

¹ Momento crítico, uma vez que ao ser retirada a barra magnética esta apresenta solução em seu redor.

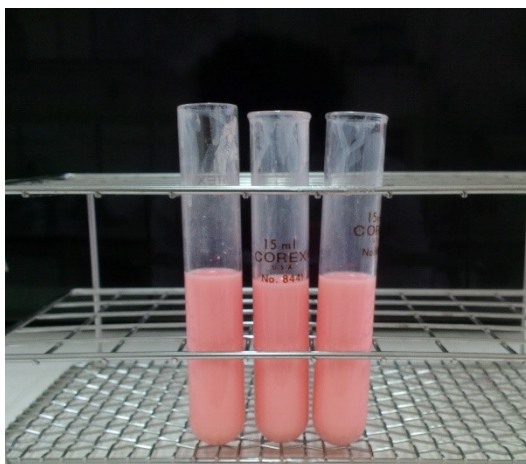
² A fração orgânica ao ser decantada para o gobelet, existe a possibilidade de resíduos ficarem no tubo de centrífuga



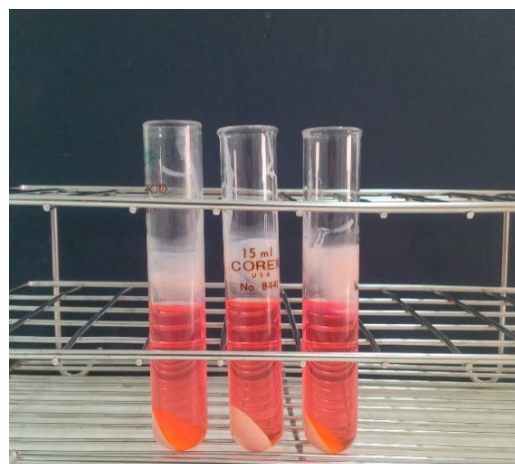
A



B



C



D

Figura 4 - A - tubo corex contendo 1.0 g gutta-percha. B - tubo corex contendo 1.0g gutta-percha e 10ml clorofórmio. C - Dissolução dos cones de gutta-percha após 24h. D – Separação da fração orgânica e inorgânica após centrifugação



Figura 5 - Centrífuga programada para 10000 rpm/45 minutos

III.3.1. Análise da fração orgânica

Para a determinação dos componentes da fração orgânica, ao sobrenadante obtido no passo anterior, adicionou-se 10 ml de acetona. Como a gutta-percha é insolúvel neste solvente, forma-se de imediato um precipitado (Figura 6), o qual foi recolhido por filtração em papel de filtro (previamente determinou-se a sua massa). Este procedimento foi repetido 3 vezes de modo a aumentar o rendimento da extração de gutta-percha.

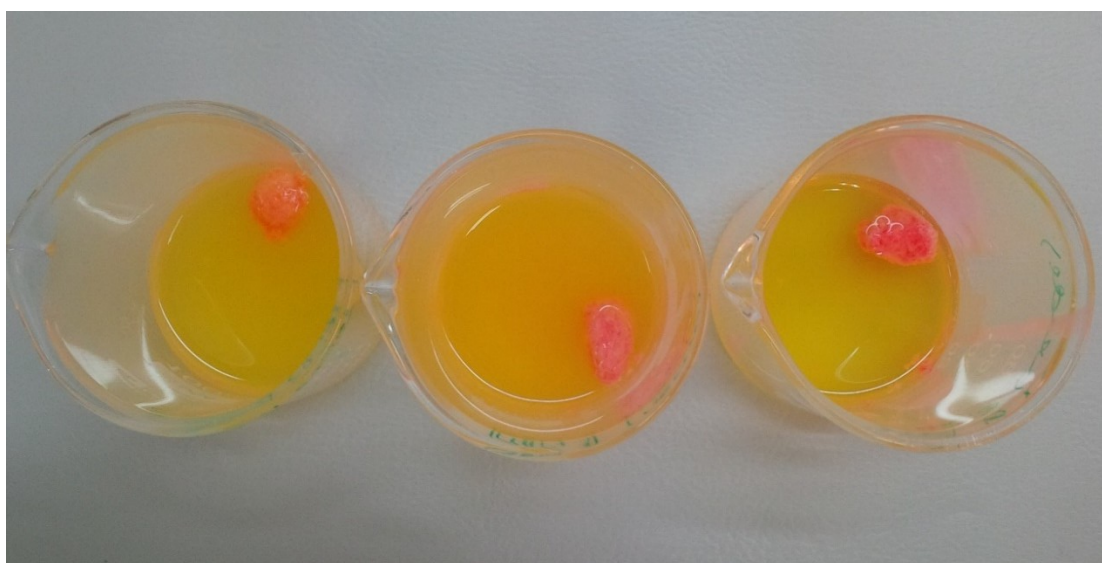


Figura 6 - Precipitado de gutta-percha após adição de acetona à fração orgânica

Por fim, o papel de filtro contendo a gutta-percha foi colocado num exsicador contendo sílica gel durante 12h, a fim de evaporar a acetona residual (Figura 7).



Figura 7 - Exsicador com sílica gel contendo o precipitado de gutta-percha após filtração

A fim de recuperar as ceras/resinas dos cones de gutta-percha, o gobelet contendo o filtrado (sobrenadante tratado com a acetona), foi colocado em placa de aquecimento a 60°C até à sua evaporação total (Figura 8).



Figura 8 - Placa de aquecimento a 60°C com gobelet para obtenção de ceras/resinas

Através da pesagem do papel de filtro contendo a gutta-percha e do gobelet contendo as ceras/resinas foi possível determinar as massas de cada um destes componentes.

III.3.2. Análise da fração inorgânica

O *pellet* obtido após a centrifugação inicial da gutta-percha dissolvida em clorofórmio, foi lavada com acetona e foi levada a secar em estufa a 60°C. Após o conteúdo dos tubos corex estar completamente seco, foi realizada a pesagem destes últimos, permitindo assim a determinação da massa total da fração inorgânica.

III.3.3. Técnica de WDXRF

Para análise semi-quantitativa da composição elementar dos cones de gutta-percha pela técnica de WDXRF, utilizou-se o equipamento da Bunker S4 Pioneer operado a 4 kW (figura 9), com um tubo de raio x Rh, janela de 75 μm Be e uma máscara de colimador de 34 mm de diâmetro. Os cones de gutta-percha, das diferentes marcas comerciais foram reduzidos a pó. Assim, foram pesados cerca de 3.0 g de cada amostra e colocados em copos de polietileno de alta densidade, com 35.8 mm de diâmetro e película de prolene® de 4 μm (figura 10 A), específicos para fluorescência de raios-X. Sendo a matriz um pó, foi feita a análise em modo Hélio.

Os copos foram colocados em porta-amostras de aço com 34 mm de abertura de diâmetro (figura 10 B) e analisada a composição elementar de cada amostra.

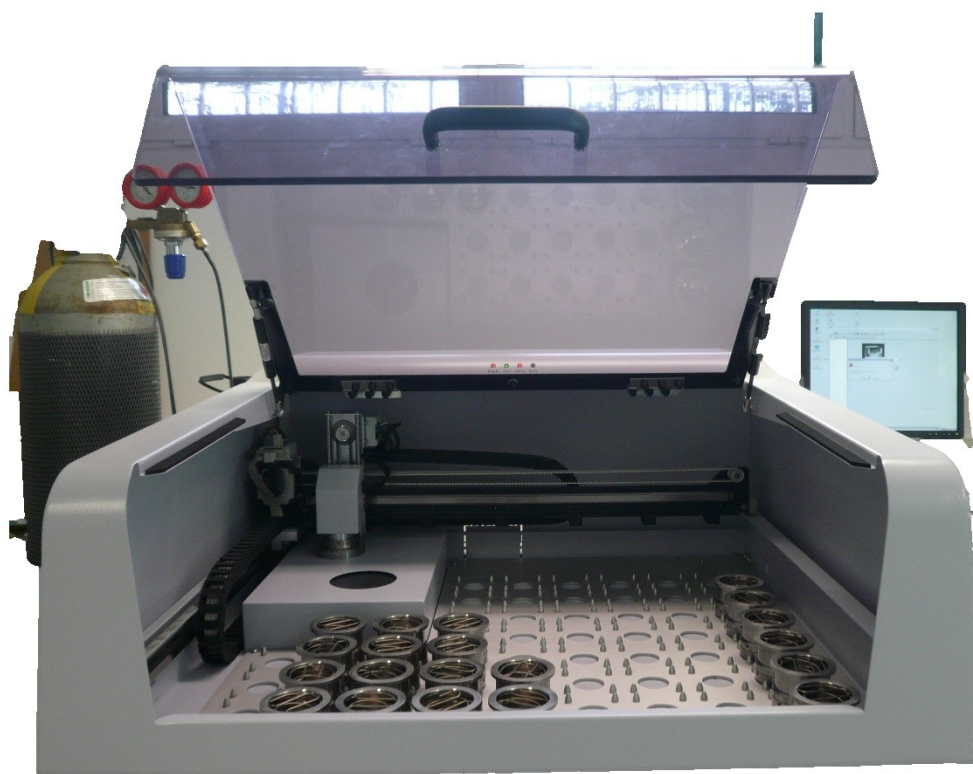


Figura 9 - Equipamento WDXRF

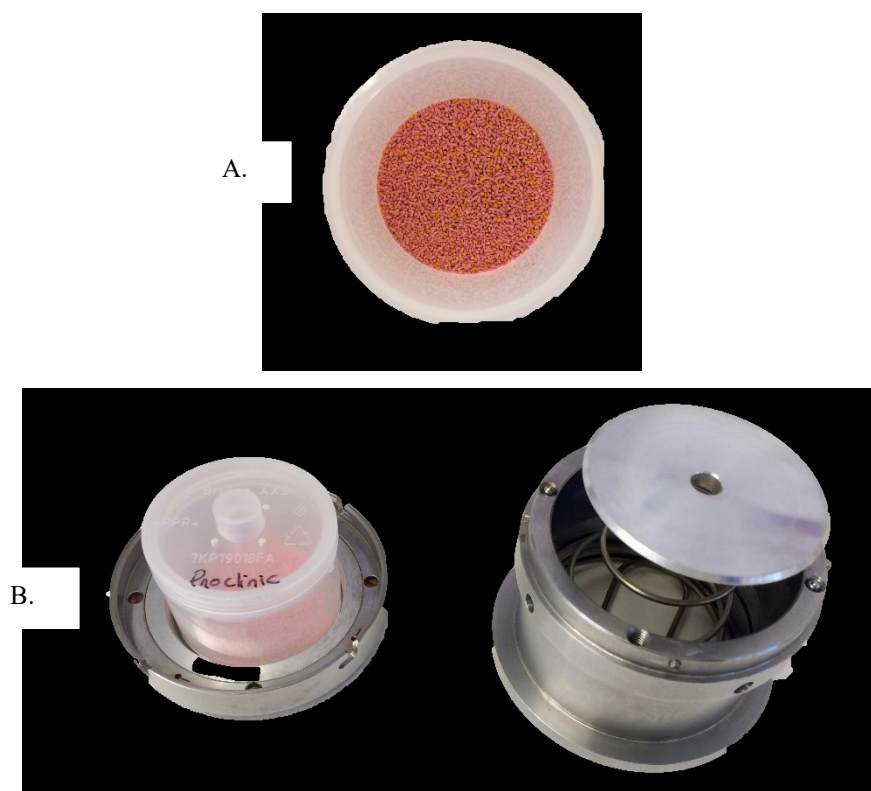


Figura 10 – A. Copo de polietileno com amostra. B. Copo de polietileno em porta-amostra

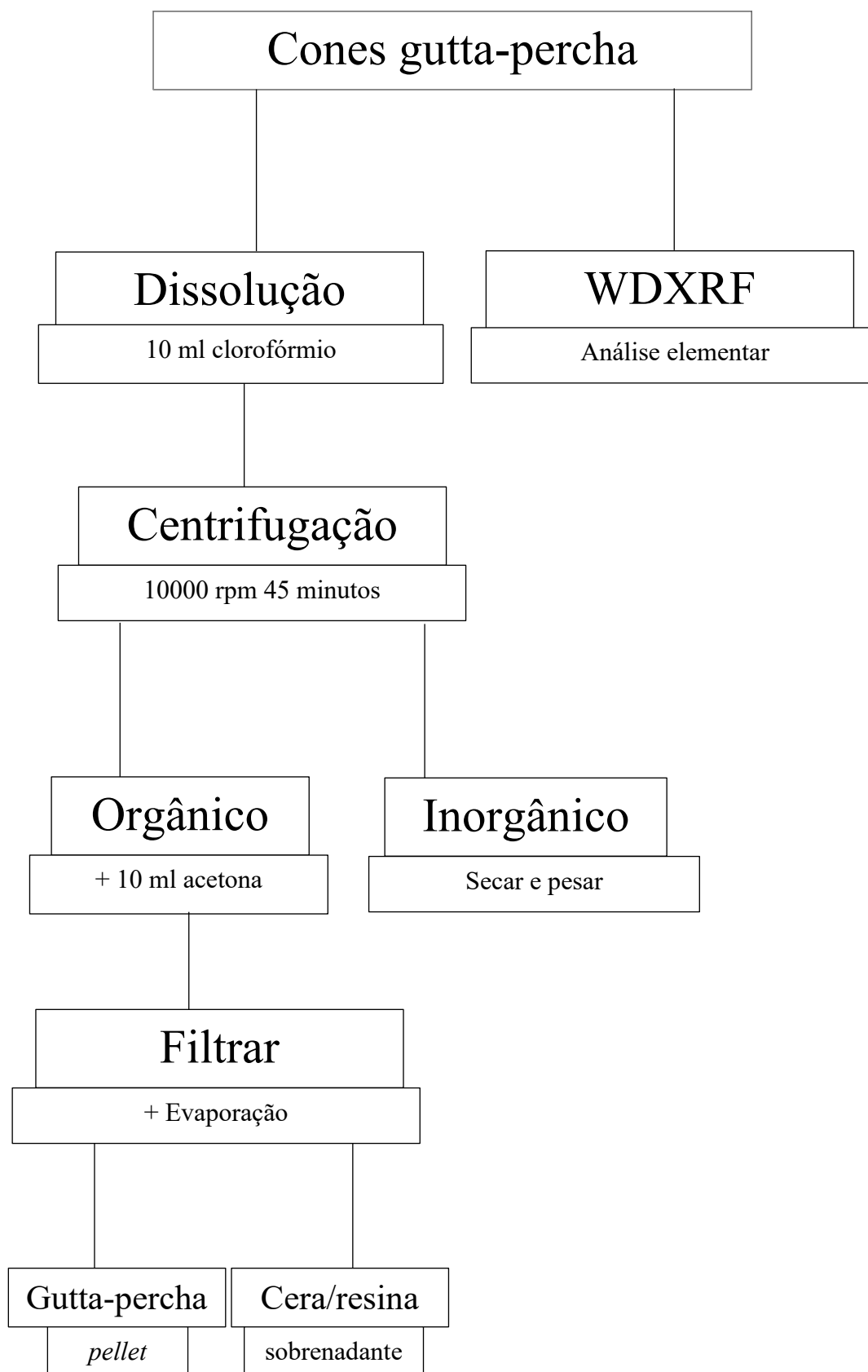


Figura 11 - Esquema de protocolo

III.4. Análise Estatística

Os dados recolhidos foram analisados com recurso a metodologia de análise estatística descritiva e inferencial, utilizando o software IBM SPSS Statistics, versão 24 para *Windows*. Para a análise comparativa dos valores médios obtidos para as diferentes marcas, foi utilizado o teste paramétrico ANOVA *one way*, sendo que, para a sua aplicação foram validados os pressupostos de aplicação do mesmo, nomeadamente à adequação à normalidade, através do teste de Shapiro-Wilk e a homogeneidade de variâncias, como recurso ao teste de Levene. Nos casos em que esta última não se verificou (variâncias relativas à fração inorgânica total, valor em percentagem) foi aplicado o teste ANOVA *one way* com correção de Brown-Forsythe. Posteriormente, foram utilizados os testes post-hoc adequados para identificar as diferenças detetadas pela aplicação da metodologia de análise comparativa com recurso à ANOVA.

Todas as análises inferenciais foram efetuadas considerando um nível de significância de 5%

Para os resultados obtidos através do equipamento WDXRF foi efetuada uma análise descritiva.

IV - RESULTADOS

IV.1. Análise da fração orgânica e inorgânica

A fração orgânica (gutta-percha e ceras/resinas) e inorgânica dos cones de gutta-percha padronizados nº20 das 8 marcas comerciais, foi determinada de acordo com metodologia de extração descrita no capítulo III, secções 3.1 e 3.2. Os valores das massas obtidas foram convertidas em percentagens, conforme apresentado na tabela 4. Em particular na tabela consta os valores médios e respetivos desvio padrão da composição relativa em gutta-percha, ceras/resinas, fração orgânica total, fração inorgânica total e massa recuperada.

Relativamente ao conteúdo em gutta-percha, a marca *R&S* apresentou o valor mais elevado, de 19.74% (diferença estatisticamente significativa com as restantes marcas, $p<0.001$). De acordo com análise a estatística, as marcas *Proclinic* e *Roeko* apresentam os segundos valores mais elevados, 18.2% e 18.0%, respetivamente. Por outro lado, as marcas *SybronEndo* e *Dentsply* apresentam os valores mais baixos de 14.0% e de 14.5%, respetivamente, sendo que não existem diferenças estatisticamente significativas entre ambas ($p=0.553$).

No que diz respeito ao conteúdo de ceras/resinas, a marca *Bestdent* apresenta a percentagem mais elevada, com um valor de 2.9%, sendo que apresenta diferenças estatisticamente significativas com todas as marcas ($p<0.05$). A marca *Proclinic*, *SybronEndo* e a *Roeko* apresentam valores médios muito semelhantes entre si, variando entre 2.1% e 2.3%. Na marca *Dentsply* verifica-se a percentagem mais baixa, de 0.55%, não existindo diferenças estatisticamente significativas com as marcas *Zipperer* ($p=1.000$), *R&S* ($p=0.137$), *Diadent* ($p=0.073$).

Sendo a marca *R&S* aquela que apresenta a percentagem mais elevada de gutta-percha (figura 12), também apresentou o valor mais elevado de fração orgânica total, com 20.8%. O mesmo ocorre nas marcas, *Dentsply* e *SybronEndo*, pois apresentam as percentagens mais baixas de gutta-percha bem como de fração orgânica total, com valores 15.1% e 16.1%, respetivamente.

A percentagem mais elevada de fração inorgânica foi observada na marca *Dentsply* 83.3% (figura 13). No entanto, não existem diferenças estatisticamente significativas com as marcas com *Zipperer* ($p=0.450$), *Roeko* ($p=0.275$), *Proclinic* ($p=0.148$) e *Diadent*

($p=0.85$). A marca *Diadent* apresenta a percentagem mais baixa de 75.9%, sendo apenas que apenas apresenta diferenças estatisticamente significativas com a marca *Dentsply* ($p=0.010$).

Globalmente os valores de massa recuperada são bastante razoáveis, situando-se entre 93.5% e 99.5%.

Tabela 4 – Resultados (%) obtidos de acordo com a metodologia de extração (apresentados na forma valor médio \pm desvio padrão (VM \pm DP), para as diferentes marcas de cones de gutta-percha)

Marca	Gutta-percha VM \pm DP	Ceras/resinas VM \pm DP	Fração Orgânica VM \pm DP	Fração Inorgânica VM \pm DP	Total (% Recuperação) VM \pm DP
<i>Bestdent</i>	16.3 \pm 0.3 ^a	2.9 \pm 0.4 ^a	19.2 \pm 0.6 ^a	76.8 \pm 0.4 ^a	96.0 \pm 0.5
<i>R&S</i>	19.74 \pm 0.07 ^b	1.1 \pm 0.2 ^b	20.8 \pm 0.2 ^b	77.9 \pm 0.8 ^a	98.8 \pm 0.7
<i>Diadent</i>	17.12 \pm 0.07 ^c	1.10 \pm 0.08 ^b	18.2 \pm 0.02 ^a	75.9 \pm 0.7 ^a	94.2 \pm 0.7
<i>Proclinic</i>	18.2 \pm 0.1 ^d	2.3 \pm 0.3 ^c	20.5 \pm 0.4 ^b	78.4 \pm 0.2 ^{a b}	98.8 \pm 0.7
<i>Zipperer</i>	15.9 \pm 0.4 ^a	0.85 \pm 0.08 ^b	16.8 \pm 0.5 ^c	77.4 \pm 0.2 ^{a b}	94.2 \pm 0.6
<i>Dentsply</i>	14.5 \pm 0.1 ^e	0.55 \pm 0.06 ^b	15.1 \pm 0.2 ^d	83.3 \pm 0.8 ^b	98.4 \pm 0.8
<i>SybronEndo</i>	14.0 \pm 0.4 ^e	2.1 \pm 0.2 ^c	16.1 \pm 0.4 ^{c d}	77.4 \pm 1.2 ^{a b}	93.5 \pm 1.3
<i>Roeko</i>	18.0 \pm 0.3 ^d	2.2 \pm 0.1 ^c	20.2 \pm 0.4 ^{a b}	79.4 \pm 0.2 ^{a b}	99.5 \pm 0.2
	p<0.001 *	p<0.001 *	p<0.001 *	p<0.001 **	

*ANOVA *one way* / comparação post-hoc com teste Bonferroni **ANOVA *one way* com correção Brown-Forsythe / comparação post-hoc com teste Tamhane (letras diferentes identificam diferenças estatisticamente significativas)

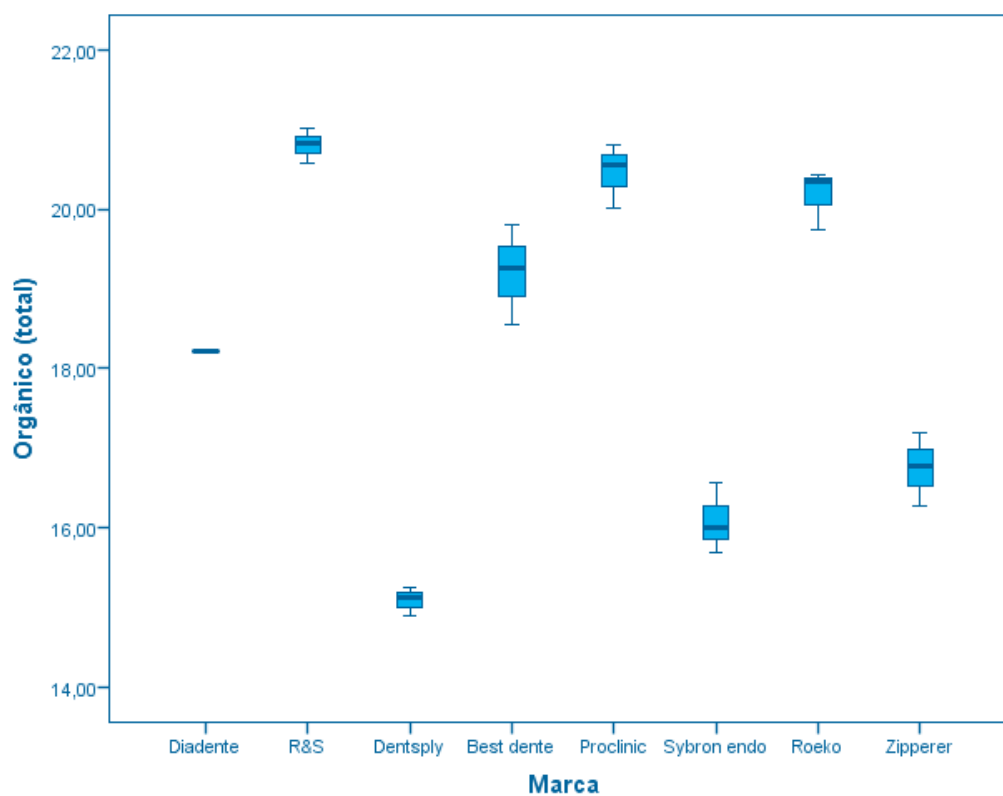


Figura 12 – Box-plot de análise da fração orgânica

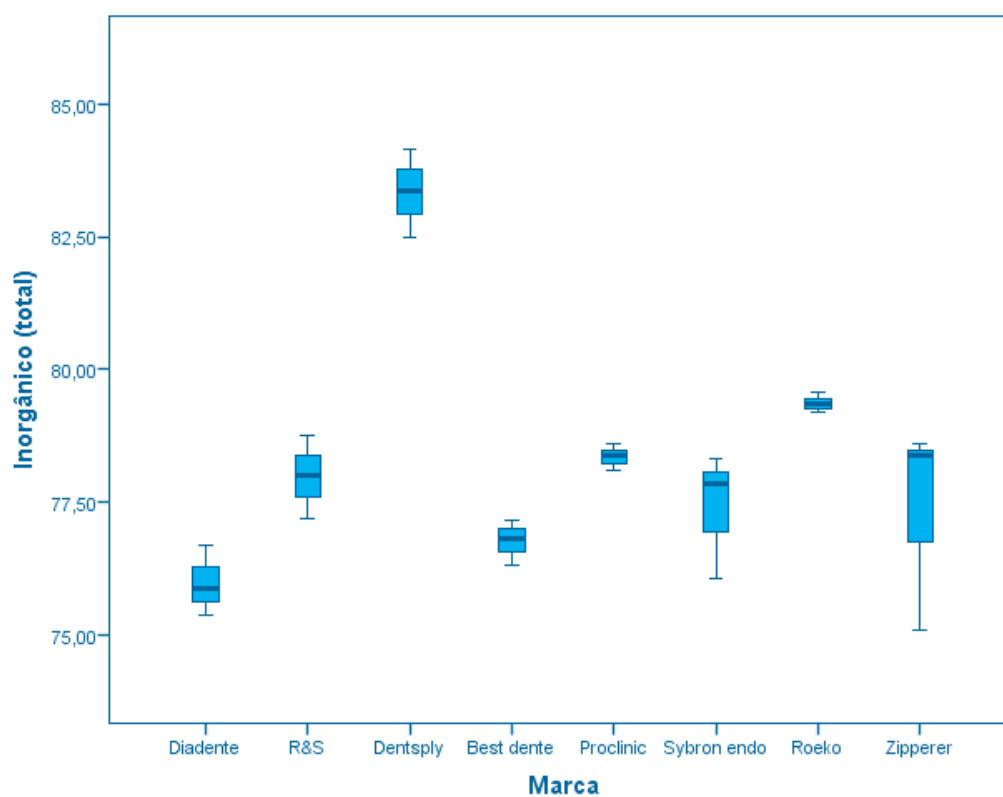


Figura 13 – Box-plot de análise da fração inorgânica

IV.2. Análise da técnica WDXRF

A análise semi-quantitativa, através da técnica WDXRF descrita no capítulo III, secção 3.3., permitiu identificar a presença de aproximadamente 14 elementos com números atômicos (Z) entre o 11 e 56. Estes correspondiam ao sódio (Na), ao magnésio (Mg), alumínio (Al), silício (Si), enxofre (S), cloro (Cl), potássio (K), cálcio (Ca), titânio (Ti), ferro (Fe), Cobre (Cu), Zinco (Zn), Estrôncio (Sr), bário (Ba).

A título de exemplo as figuras 14 e 15 representam os espectrogramas característicos de amostras de duas marcas analisadas, nomeadamente *Dentsply* e *Diadent*. Seguidamente far-se-á análise detalhada de cada uma das figuras, sendo que o resultado global de todas as marcas será apresentado no final da secção.

Verificou-se que o elemento Zn com $K\alpha 1$ (8.63), $K\beta 1$ (9.570), $L\alpha 1$ (1.012) e $L\beta 1$ (1.035) estava presente em elevada quantidade em todas as marcas. O elemento Ba com $K\alpha 1$ (32.194), $K\beta 1$ (36.378), $L\alpha 1$ (4.466) e $L\beta 1$ (4.828) era o segundo elemento mais abundante. Elementos como o S com $K\alpha 1$ (2.309) e $K\beta 1$ (2.465) e Al com $K\alpha 1$ (1.486) e $K\beta 1$ (1.557) também estão presentes na maioria das amostras, mas em quantidades reduzidas como representado na Figura 14.

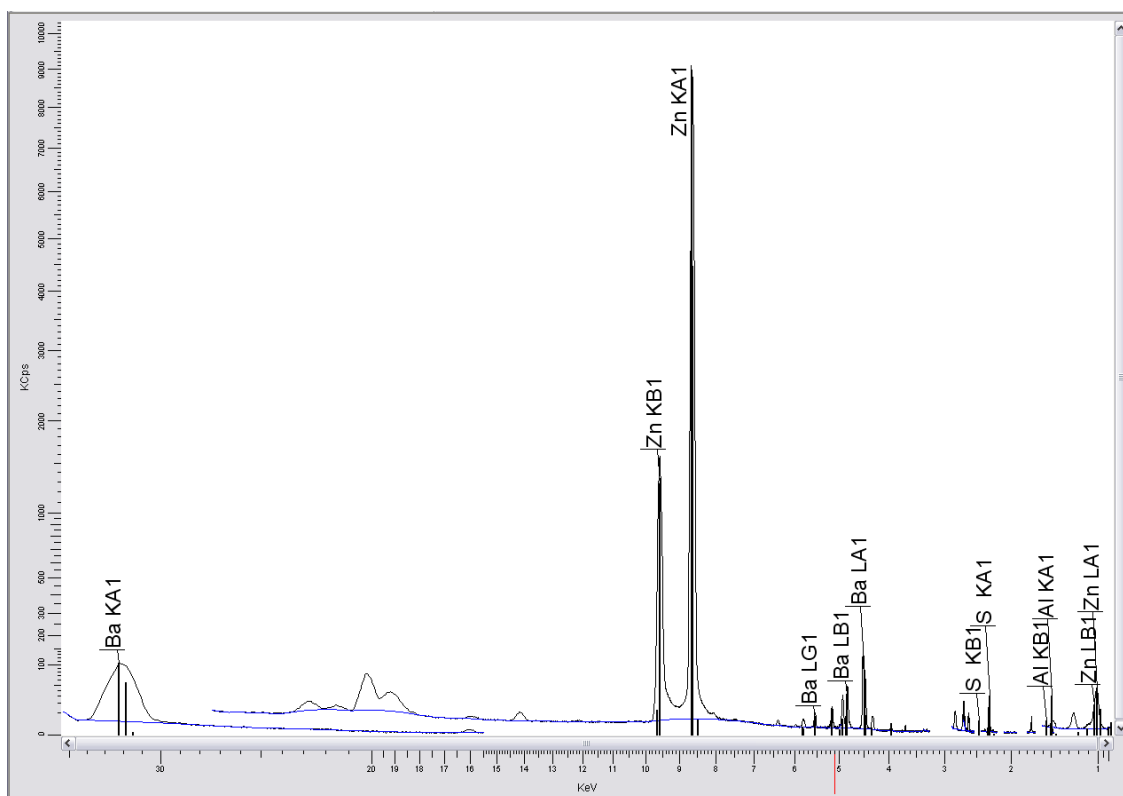


Figura 14 – Espectrograma da amostra da marca Diadent

No entanto, também foi se verificou, nos espectrogramas, a ausência das linhas com $K\alpha 1$ (32.194), $K\beta 1$ (36.378), $L\alpha 1$ (4.466) e $L\beta 1$ (4.828) do elemento Ba e uma menor intensidade das linhas $K\alpha 1$ (1.486) e $K\beta 1$ (1.557) do elemento Al como representado na Figura 15.

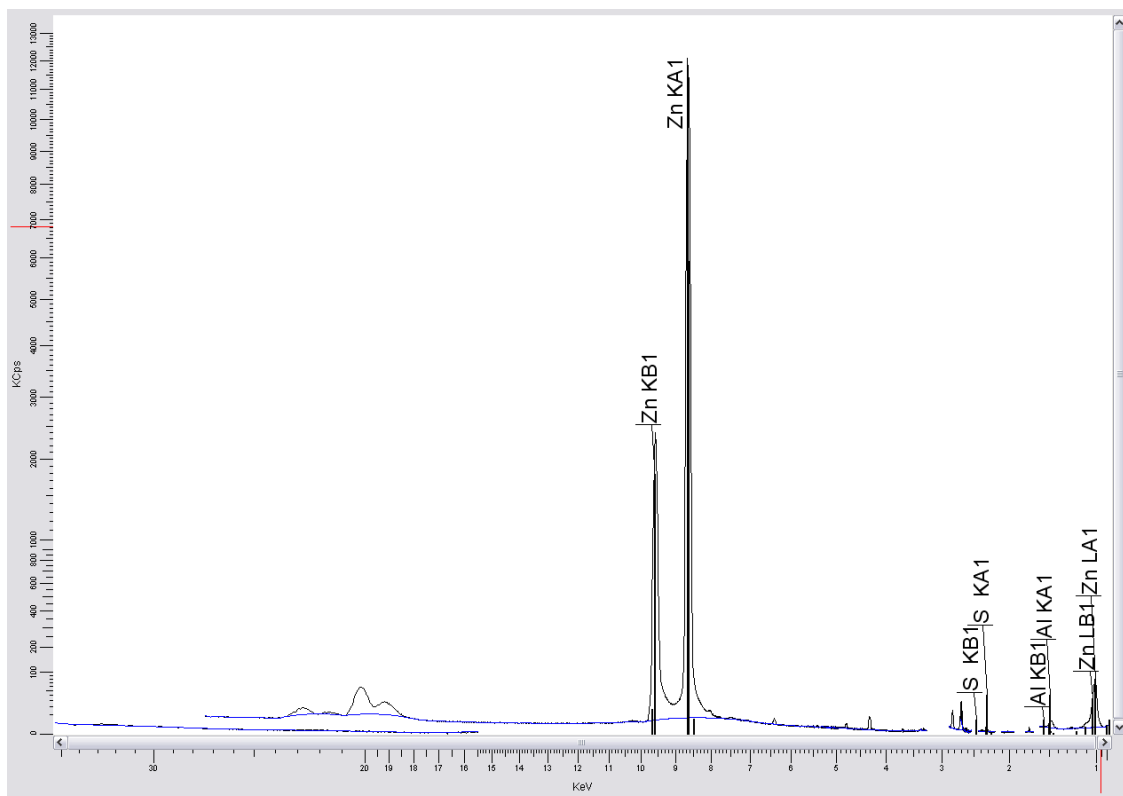


Figura 15 -Espectrograma da amostra da marca Dentsply

Os demais espectrogramas, das marcas analisadas, apresentam características semelhantes, pelo que será obviada a sua apresentação.

Tal como referido anteriormente, os resultados envolvendo as oito marcas comerciais foram analisados globalmente, ou seja, as suas percentagens relativas identificadas em cada amostra foram calculadas e apresentadas na tabela 5. Tal como se pode constatar pela análise desta tabela, o número de elementos detetados nas diferentes marcas estudadas varia entre 7 e 13.

Através dos resultados obtidos, verifica-se que o contributo de todos os elementos detetados para a massa da amostra, varia entre 47.8%, na marca *Denstply*, e 66.8% na marca *Bestdente*. Contudo, nas marcas *Dentsply* e *Zipperer* o *compton ratio* afasta-se do valor unitário, sendo de 1.29 e 1.47, respetivamente. Já na marca *Bestdent* o *compton ratio* é de 1.0.

Como aspeto mais importante a salientar, os resultados obtidos mostram claramente que o Zn é o elemento mais abundante em todas as marcas. A sua percentagem varia entre 40.3% e 50.2%, sendo que a marca *Bestdent* apresenta o valor mais elevado de todos, a enquanto que à marca *Dentsply* corresponde o valor mais baixo. Embora nem sempre detetado o segundo elemento mais abundante é o Ba, sendo que a marca *Roeko* apresenta a percentagem mais elevada 9.4%.

As duas marcas que não apresentam Ba na sua composição são a *Denstply* e *Zipperer*. Curiosamente estas marcas também não apresentam S, pois muito embora quando está presente, o conteúdo deste elemento é vestigial. Possivelmente, O Sr deverá ser contaminante associado ao sulfato de bário. Note-se que nas marcas que não apresentam Ba nem Sr na sua composição a percentagem de S também é menor, variando entre 0.04% e 0.05%, em relação às restantes marcas com percentagens que se situam entre 0.8% e 1.2%. O terceiro elemento mais abundante é o Na, sendo que foi detetado em todas as marcas com percentagens que variam entre 4.2% e 7.6%.

O elemento Ca está presente em todas as marcas, sendo que a sua percentagem mais elevada na marca *SybronEndo* (1.7%) e não ultrapassando 0.07% nas restantes marcas.

Tabela 5 – Composição elementar através da técnica WDXRF (%)

Z	Elemento	<i>Bestdent</i>	<i>R&S</i>	<i>Diadent</i>	<i>Proclinic</i>	<i>Zipperer</i>	<i>Dentsply</i>	<i>SybronEndo</i>	<i>Roeko</i>
11	Na	6.9	4.2	4.3	6.3	5.8	7.6	7.1	7.3
12	Mg	-	1.5	1.7	-	-	-	-	0.08
13	Al	-	0.3	0.2	-	0.4	0.2	0.2	0.2
14	Si	0.3	1.0	1.0	0.2	0.3	0.12	0.1	0.3
16	S	1.0	0.8	0.8	0.9	0.04	0.05	1.1	1.2
17	Cl	0.5	1.4	1.0	0.3	0.6	0.06	0.2	0.05
19	K	-	-	-	0.02	-	-	-	-
20	Ca	0.02	0.04	0.04	0.02	0.07	-	1.7	0.03
22	Ti	-	3.6	3.5	-	0.04	-	-	2.2
26	Fe	0.02	0.03	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02	0.01
29	Cu	-	0.002	-	-	-	-	-	-
30	Zn	50.2	43.7	45.8	49.2	40.5	40.3	43.6	44.1
38	Sr	0.01	0.03	0.03	0.01	-	-	0.02	0.02
56	Ba	7.9	7.3	7.5	7.8	-	-	8.8	9.4
	Nº elementos	9	13	12	10	9	7	10	12
	Sum	66.8	63.9	65.9	64.9	47.8	48.3	62.6	64.8
	<i>Compton ratio</i>	1.0	0.974	0.939	0.992	1.29	1.47	1.12	1.03

V - DISCUSSÃO

Neste estudo foi avaliada a composição química dos cones de gutta-percha padronizados nº20, de oito marcas comerciais diferentes (*Bestdent, R&S, Diadent, Proclinic, Zipperer, Dentsply, SybronEndo, Roeko*), respeitante à fração orgânica (gutta-percha e ceras/resinas) e à fração inorgânica (BaSO_4 e ZnO). Para tal, utilizou-se a metodologia descrita por Friedman et al. (1975, 1977), que segundo Gurgel-Filho et al. (2003) quantifica adequadamente a fração orgânica (gutta-percha e ceras/resinas). Assim, seguindo este protocolo os cones de gutta-percha foram dissolvidos em clorofórmio. e solução resultante foi centrifugada para permitir a separação das duas frações: o *pellet* correspondia à fração inorgânica e o sobrenadante à fração orgânica. À fração orgânica foi adicionada a acetona pois a gutta-percha é insolúvel neste solvente, forma-se de imediato um precipitado, o qual foi recolhido por filtração em papel de filtro e pesado. O sobrenadante foi evaporado, de modo a obter-se a massa de ceras/resinas. A soma da massa obtida de gutta-percha e de ceras/resinas corresponde à fração orgânica total. O *pellet* (fração inorgânica) foi seco e pesado, permitindo assim obter a massa de fração inorgânica. A soma da massa de gutta-percha, ceras/resinas e fração inorgânica corresponde ao valor da massa recuperada. Todas as massas foram convertidas em percentagem. Friedman et al. (1975, 1977), menciona que os componentes da fração inorgânica (BaSO_4 e ZnO) podem ser separados através de lavagem do *pellet* com ácido clorídrico. No entanto, Gurgel-Filho et al. (2003) e Maniglia-Ferreira et al. (2005) referem nos suas publicações que este processo sobrestima o valor de BaSO_4 . Assim sendo, neste trabalho, foi utilizada a técnica WDXRF para determinar quais os constituintes da fração inorgânica.

Uma avaliação global dos resultados obtidos permite concluir que, no que respeita à percentagem de **gutta-percha** obtida, esta varia entre 14.0% e 19.74%. Estes resultados não se encontram muito distantes dos resultados do estudo realizado por Friedman et al. (1975), que apresentou percentagens de gutta-percha que variavam entre 18.9% e 21.8%, refira-se que neste trabalho foram analisados cones de gutta-percha padronizados nº100.

Os resultados do nosso estudo, mostram-se muito semelhantes aos obtidos nas análises realizadas por Gurgel-Filho et al. (2003) e Maniglia-Ferreira et al. (2005) que indicaram uma percentagem de gutta-percha entre 14.5% e 20.4% e entre 15.2% e 21.6%, respetivamente. O estudo de Gurgel-Filho et al. (2003), incluiu uma marca comum ao nosso trabalho (*Dentsply*), contudo os cones de gutta-percha não eram padronizados.

Também no estudo Maniglia-Ferreira et al. (2005) a marca *Dentsply* estava presente entre as 8 marcas analisadas (*Dentsply 0.04*, *Dentsply 0.06*, *Dentsply TP*, *Dentsply FM*.) curiosamente, os valores das percentagens de gutta-percha foram muito dispares, talvez pelo facto dos cones não serem padronizados.

Na prática clínica, os cones com maior quantidade de gutta-percha apresentam maior flexibilidade, uma propriedade importante durante o preenchimento dos canais. (Friedman et al., 1977). Assim, com base nos resultados obtidos neste estudo é possível inferir que a marca de gutta-percha que deverá apresentar a maior capacidade de deformação plástica é a *R&S*. Contrastando, na marca onde se verificou uma menor percentagem de gutta-percha, *SybronEndo*, deverá ser aquela que apresentará a menor capacidade de deformação plástica.

De acordo com os resultados obtidos neste estudo a percentagem de **ceras/resinas** varia entre 0.55% e 2.9%. Na marca *Bestdent*, verifica-se a percentagem mais elevada, de 2.9%. Na marca *Dentsply* verifica-se o valor mais baixo seguindo-se as marcas *Zipperer*, *R&S* e *Diadent*. No entanto, não se conhece qual o impacto clínico. Note-se que estes resultados são semelhantes aos publicados nos estudos de Friedman et al.(1975) e Gurgel-Filho et al. (2003), que apresentaram percentagens de gutta-percha entre 1.0% - 4.1% e entre 1.2 – 3.1%, respetivamente. Já no trabalho de investigação de Maniglia-Ferreira et al.(2005), verificou-se que a percentagem de gutta-percha variava entre 1.5% e 10.4%, sendo que a marca *Dentsply FM* apresentava a maior percentagem de ceras/resinas, com diferença estatisticamente significativa ($p=0.0003$), em relação às restantes 8 marcas analisadas. Contudo, no estudo de Friedman et al.(1975), os cones de gutta-percha eram padronizados nº100 e no estudo de Gurgel-Filho et al. (2003) e de Maniglia-Ferreira et al.(2005) não eram padronizados.

Tal como referido anteriormente, a soma da percentagem de gutta-percha com a percentagem de ceras/resinas corresponde à **fração orgânica total**. Assim sendo, que a marca *R&S* apresenta a percentagem mais elevada, com um valor de 20.8%. Enquanto que, as percentagens mais baixas, de 15.1% e 16.1% foram observadas estão nas marcas *Dentsply* e *SybronEndo*, respetivamente. Estes resultados vão ao encontro dos estudos descrevem a seguir. Com feito, no estudo de Marciano & Michailesco (1989), quando

foi analisada somente toda a fração orgânica, verificaram que as percentagens desta variavam entre 17.73% e 45.85%. No entanto, a maioria das marcas apresentaram percentagens na ordem dos 22%, como é o caso de uma marca comum ao nosso estudo, a *Roeko*. Tal como foi visto atrás para os componentes gutta-percha e ceras/resinas, a fração orgânica total determinada nos estudos de Gurgel-Filho et al. (2003) e Maniglia-Ferreira et al.(2005), também apresentaram resultados similares aos encontrados no nosso trabalho. Segundo Friedman et al. (1977), isto deve-se ao facto de existir uma proporcionalidade entre os componentes desta fração, ou seja, Assim a gutta-percha é inversamente proporcional às ceras/resinas.

A percentagem de **fração inorgânica total**, nas várias marcas de gutta-percha examinadas neste trabalho variou entre 75.9% e 83.3%. Estes resultados são similares aos descritos nos estudos de Friedman et al. (1975), Gurgel-Filho et al. (2003) e Maniglia-Ferreira et al.(2005) que obtiveram percentagens de 75.3% -76.9%, 77.6% - 84.% e 73.3% e 81.9%, respetivamente. Sendo que, no estudo de Marciano & Michalesco (1989) a marca *Roeko* apresentou uma percentagem semelhante ao do nosso estudo de 77.85%. Contudo, os autores consideraram como fração inorgânica total apenas os conteúdos de BaSO₄ e ZnO. Este assunto será desenvolvido mais à frente aquando a discussão dos resultados obtidos pela técnica WDXRF.

No nosso estudo, a percentagem de **massa recuperada** variou entre 93.5% e 99.6%. Fatores como transferências de massa entre recipientes ou remoção da barra magnética do tubo corex, podem ter contribuído para a perda de massa. No entanto, Friedman et al. (1975, 1977) descreve que a percentagem de massa recuperada se situou entre 98.99% e 100.29%, sendo este último maior que 100%. Gurgel-Filho et al. (2003) apresenta resultados em que a recuperação da massa inicial está entre 99.9% e 100%. Enquanto que de acordo com os resultados apresentados por Maniglia-Ferreira et al. (2005) a percentagem varia entre 100% e 100.7%. Estes valores parecem anormalmente elevados. Fatores como uma insuficiente secagem dos solventes ou a presença de contaminantes nos mesmos podem ter contribuído para uma recuperação de massa superior a 100%. Outro fator importante parece-nos ser o cálculo a partir do qual se obtém a massa de ZnO presente na fração inorgânica. Esta última é calculada, tendo em conta a massa obtida de gutta-percha, ceras/resinas e BaSO₄, sendo que a diferença corresponderia à massa de ZnO. Similarmente

no estudo de Marciano & Michailesco (1989), a percentagem total, de todos os componentes após terem sido aplicadas as técnicas de análise, estava entre 100% e 101.1%. Sendo sugestivo da possibilidade da contaminação durante o processo de análise.

No que diz respeito à metodologia aplicada para análise dos componentes da fração inorgânica, várias técnicas têm sido utilizadas de modo a identificar e quantificar os elementos químicos presentes nas amostras. Neste estudo foi utilizada a técnica WDXRF uma vez que apresenta indicações semelhantes à técnica EDX utilizada no estudo de Gurgel-Filho et al. (2003) e Maniglia-Ferreira et al. (2005) mas com maior resolução (Queiroz et al., 2012). O equipamento WDXRF emite e deteta raios-X de fluorescência na presença de ar, sendo esta uma vantagem importante (Queiroz et al., 2012). Além disso, é uma técnica não destrutiva, portanto, não danifica as amostras bem como não é necessário proceder à preparação das mesmas ou, caso seja necessário, a preparação é mínima (Uo et al., 2015). Estas vantagens permitiram que os cones de gutta-percha, que apresentam baixa resistência ao calor, pudessem ser analisados sem que houvesse a sua degradação, alterações das propriedades químicas ou contaminação. Importa salientar que a técnica WDXRF apenas permite uma análise semi-quantitativa, pois não possibilita a identificação de elementos com número atômico inferior a 11.

Neste estudo foram identificados aproximadamente 14 elementos nas diferentes marcas de cones de gutta-percha, entre os quais o elemento Na, Mg, Al, Si, S, Cl, K, Ca, Ti, Fe, Cu, Zn, Sr e Ba. Através dos resultados obtidos, é possível verificar que a percentagem de elementos inorgânicos varia entre 47.8% e 66.8% consoante a marca. No entanto, as percentagens mais baixas obtidas nas marcas *Zipperer* (47.8%) e *Dentsply* (48.3%) apresentam um *compton ratio* de 1.29 e 1.47, respetivamente, enquanto que, nas restantes marcas o *Compton ratio* varia entre 0.932 e 1.12. Na prática, um valor *compton ratio* próximo de 1, significa que a escolha da matriz é adequada e os resultados aproximam-se dos reais. Por conseguinte os valores relativos às marcas *Zipperer* e *Dentsply* podem estar afetados por uma escolha inadequada da matriz. Por outro lado, dado que não foi possível detetar o elemento O e que as marcas comerciais referem que o elemento Zn e o Ba se encontram na forma de ZnO e BaSO₄, a percentagem real da componente inorgânica será necessariamente superior aquela que foi estimada. .

Globalmente o elemento Zn é o que apresenta maior percentagem em todas as marcas, variando entre 40.3% e 50.2%. A marca *Dentsply*, apresentou percentagem mais baixa, enquanto que a percentagem mais alta está presente na marca *Bestdent*.

O segundo elemento mais abundante é o Ba variando a sua percentagem varia entre 0% e 8.8%. Este elemento não foi detetado nas marcas *Zipperer* e *Dentsply*, onde curiosamente, percentagem do elemento S é menor (0.04% e 0.05%) em relação às restantes marcas analisadas. Sendo assim, as marcas *Zipperer* e *Dentsply* não apresentam BaSO₄ na sua composição. Este resultado vai ao encontro do mencionado na composição, da marca *Zipperer*. Esta apenas refere que, os cones de gutta-percha apresentam gutta-percha, ZnO e pigmentos. Já a marca *Dentsply*, não especifica, na embalagem, a sua composição. Nestas duas marcas que não apresentam o elemento Ba também não foi detetado o elemento Sr. Ambos os elementos estão descritos na bibliografia como radiopacificantes; embora o elemento Ba seja o mais usado, metais com alto número atómico, promovem a radiopacidade (Anusavice, 2011). Assim, nos cones de gutta-percha em que se verifica a ausência do elemento Ba, a radiopacidade pode estar diminuída. Neste caso, o segundo elemento mais pesado, ou seja, o Zn que contribuirá para a radiopacidade do material (Gurgel-Filho et al., 2003). Os materiais usados em Medicina Dentária, nomeadamente na cavidade oral, devem ser radiopacos para que possam ser distinguidos das estruturas adjacentes durante o diagnóstico radiográfico, em casos de tratamentos prévios, durante o tratamento endodôntico, na radiografia de prova de cone principal e na radiografia final de modo a se poder avaliar a qualidade da obturação (Katz, Kaffe, Littner, Tagger, & Tamse, 1990). Neste sentido, todos os cones de gutta-percha deverão apresentar radiopacidade.

A função dos outros elementos detetados como o Na, Al, Si, Cl, K, Ca, Ti, Fe, e Cu, não se encontra descrita na literatura. O elemento Zn pode estar presente, nos cones de gutta-percha, como ZnO e/ou associado ao Si como silicato de zinco (Zn₂SiO₄) (Moiler & Ørstavik, 1984). Os elementos Ti, Ca, Si, e Cl podem estar presentes como óxidos (Gurgel-Filho et al., 2003; Moiler & Ørstavik, 1984).

Os elementos como o K, Fe e Cu devido às baixas percentagens identificadas, na ordem dos ppm, é sugestivo que possam ser impurezas decorrentes do processo de fabricação dos cones gutta-percha (Gurgel-Filho et al., 2003; Moiler & Ørstavik, 1984).

Estes resultados são discordantes com o estudo de Moiler & Ørstavik (1984), em relação às duas marcas em comum com o nosso estudo, a *SybronEndo* e *Dentsply*. Através da técnica de microanálise de energia dispersiva de raios-X acoplada a microscópio de varrimento eletrónico, verificaram que na marca *Dentsply* existiam os elementos Ca, Ba,

Ti, Fe, Cu e na marca *SybronEndo* existiam os elementos Mg e Cu. No nosso estudo, em ambas as marcas, estes elementos não foram detetados.

No estudo de Gurgel-Filho et al. (2003) foram estimadas percentagens de BaSO₄ entre 0.0% - 11.4%. enquanto que, no estudo Maniglia-Ferreira et al.(2005) foram as percentagens de BaSO₄ variam entre 0.0% - 4.6%. No entanto, ambos os autores, utilizaram a técnica de microanálise elementar para quantificar o elemento S. Através da percentagem obtida deste elemento, por estequiometria calcularam a percentagem de BaSO₄, sendo que, a percentagem de ZnO corresponde à diferença entre as percentagens obtidas na gutta-percha, ceras/resinas e BaSO₄, isto caso a amostra contivesse o elemento S. Como tal o elemento Ba não foi detetado diretamente, pelos que os resultados carecem de confirmação.

Aminzadeh, Azimi, & Shenaz (2006) utilizaram várias técnicas para a análise dos cones de gutta-percha, entre as quais a técnica XRF para quantificar os elementos metálicos. Estes autores consideraram que todos os constituintes dos cones de gutta-percha apresentam-se na forma de óxidos. No entanto, não existe essa informação por parte dos fabricantes. Por esse motivo, a extrapolação da análise elementar da matriz de óxidos parece-nos um pouco arriscada. Neste contexto importa referir que a nossa tentativa de extrapolar os resultados da análise elementar obtida para os respetivos óxidos se revelou inadequada dado que o valor de *compton ratio* piorou em todos os casos. Note-se que no artigo mencionado anteriormente, não é referido este parâmetro.

Numa perspetiva clínica, Gurgel-Filho et al. (2006) compararam a capacidade de penetração dos cones da gutta-percha nos canais laterais durante a condensação vertical a quente, tendo em conta as percentagens de gutta-percha obtidas num estudo anterior. Concluíram assim, que as diferenças podiam estar relacionadas com a sua composição química sem, que fossem tiradas outras ilações. Mais tarde, este mesmo grupo de investigadores Gurgel-Filho et al. (2012) estudou a correlação da composição química dos cones de gutta-percha com o selamento apical, usando três técnicas de obturação diferentes. Tendo concluído que as diferenças no selamento apical usando técnicas de obturação diferentes não está relacionada com a composição química dos cones de gutta-percha.

Estudos anteriores têm mostrado que as diferentes marcas de cones de gutta-percha apresentaram diferentes composições químicas. Uma vez que, se encontra descrito que a composição química tem importante influência no tratamento endodôntico, torna-se imperativo a correta determinação dos constituintes, para que seja possível uma caracterização adequada dos materiais e em ultima análise uma melhor previsibilidade do comportamento. Neste sentido este trabalho contribuiu para

a descrição constituintes químicos de 8 marcas de cones de gutta-percha comercializados em Portugal.

VI - CONCLUSÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar a composição química dos cones de gutta-percha utilizados atualmente no tratamento endodôntico. Cientes das limitações deste estudo e tendo por base os resultados obtidos, rejeita-se a hipótese nula e aceitam-se as hipóteses alternativas. Ficando demonstrado que:

(H1) - As diferentes marcas de cones de gutta-percha apresentam diferentes percentagens constituintes na fração orgânica

(H1) - As diferentes marcas de cones de gutta-percha apresentam diferentes percentagens constituintes na fração inorgânica.

Assim sendo, é possível concluir que as diferentes marcas apresentam diferentes percentagens de fração orgânica e inorgânica e diferentes elementos químicos. Globalmente a percentagem de gutta-percha varia entre 14.0% e 19.74%, a de ceras/resinas varia entre 0.55% e 2.9% e a de fração inorgânica total varia entre 75.9% e 83.3%. O zinco é o elemento mais abundante em todas as marcas e sua percentagem varia entre 40.3% e 50.2%. O segundo elemento mais abundante é o bário, a sua percentagem varia entre 0.0% e 9.4%. Contudo, existem marcas que não apresentam bário na sua composição.

Como perspetivas futuras pretendemos a breve prazo:

- Estudar a correlação entre a composição química dos cones de gutta-percha com as propriedades mecânicas;
- Investigar a influência da composição química na radiopacidade.
- Avaliar e comparar cones de gutta-percha com diferentes composições químicas durante o treino pré clínico do discente MIMD.

VII - BIBLIOGRAFIA

- AAE. (2009). AAE Consensus Conference Recommended Diagnostic Terminology. *Journal of Endodontics*, 35(12), 1634–1634.
<https://doi.org/10.1016/j.joen.2009.09.035>
- Adams, N., & Tomson, P. L. (2014). Access cavity preparation. *British Dental Journal*, 216(6), 333–339. <https://doi.org/10.1038/sj.bdj.2014.206>
- Aminzadeh, N., Azimi, S., & Shen, M. (2006). Component analysis of four commercial brands of gutta-percha. *Iran Endod J*, 1(2), 49–52. Disponível em <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/24470800>
- Anusavice, K. J. (2011). Mechanical Properties of Dental Materials. In K. J. Anusavice, C. Shen, & H. R. Rawls (Eds.), *Phillip's Science of Dental Materials* (12th ed., pp. 48–68). USA: Elsevier Ltd.
- Bruker. (2015). Periodic Table of Elements and X-ray Energies. Disponível em https://www.bruker.com/fileadmin/user_upload/8-PDF-Docs/X-rayDiffraction_ElementalAnalysis/HH-XRF/Misc/Periodic_Table_and_X-ray_Energies.pdf
- Bruker. (2016). *Introduction to X-ray Fluorescence Analysis (XRF)*. Germany: Bruker AXS GmbH.
- Carrotte, P. (2004). Endodontics: Part 7 Preparing the root canal. *British Dental Journal*, 197(10), 603–613. <https://doi.org/10.1038/sj.bdj.4811823>
- Carvalho-Junior, J. R., Correr-Sobrinho, L., Correr, A. B., Sinhoreti, M. A. C., Consani, S., & Sousa-Neto, M. D. (2007). Radiopacity of root filling materials using digital radiography. *International Endodontic Journal*, 40(7), 514–520.
<https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2007.01246.x>
- Cesareo, R. (2010). X-Ray Fluorescence Spectrometry. In *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry* (Vol. 39, pp. 595–631). Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. https://doi.org/10.1002/14356007.b05_675.pub2
- Combe, E. C., Cohen, B. D., & Cummings, K. (2001). Alpha- and beta-forms of gutta-percha in products for root canal filling. *International Endodontic Journal*, 34(6),

447–451. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2591.2001.00415.x>

- Darcey, J., Roudsari, R., Jawad, S., Taylor, C., & Hunter, M. (2016). Modern Endodontic Principles Part 5: Obturation. Disponível Agosto 30, 2017, em <https://www.researchgate.net/publication/304397709%0AModern>
- Estrela, C., Holland, R., Estrela, C., Alencar, H., Sousa-Neto, M., & Pécora, J. (2014). Characterisation of Successful Root Canal Treatment. *Brazilian Dental Journal*, 25(1), 3–11. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201302356>
- Estrela, C., Pécora, J. D., Estrela, C. R. A., Guedes, O. A., Silva, B. S. F., Soares, C. J., & Sousa-Neto, M. D. (2017). Common Operative Procedural Errors and Clinical Factors Associated with Root Canal Treatment. *Brazilian Dental Journal*, 28(2), 179–190. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201702451>
- European Society of Endodontology. (2006). Quality guidelines for endodontic treatment: consensus report of the European Society of Endodontology. *International Endodontic Journal*, 39(12), 921–930. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2006.01180.x>
- Friedman, C., Sandrik, J., Heuer, M., & Rapp, G. (1975). Composition and Mechanical Properties of Gutta-Percha Endodontic Points. *Journal of Dental Research*, 54(5), 921–925. <https://doi.org/10.1177/00220345750540052901>
- Friedman, C., Sandrik, J., Heuer, M., & Rapp, G. (1977). Composition and physical properties of gutta-percha endodontic filling materials. *Journal of Endodontics*, 3(8), 304–308. [https://doi.org/10.1016/S0099-2399\(77\)80035-6](https://doi.org/10.1016/S0099-2399(77)80035-6)
- Gatewood, R. S. (2007). Endodontic materials. *Dental Clinics of North America*, 51(3), 695–712. <https://doi.org/10.1016/j.cden.2007.04.005>
- Gomes, B. P. F. de A., Vianna, M. E., Matsumoto, C. U., de Paula e Silva Rossi, V., Zaia, A. A., Ferraz, C. C. R., & de Souza Filho, F. J. (2005). Disinfection of gutta-percha cones with chlorhexidine and sodium hypochlorite. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*, 100(4), 512–517. <https://doi.org/10.1016/j.tripleo.2004.10.002>
- Goodman, A., Schilder, H., & Aldrich, W. (1974). The thermomechanical properties of gutta-percha. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology*, 37(6), 954–961.

[https://doi.org/10.1016/0030-4220\(74\)90448-4](https://doi.org/10.1016/0030-4220(74)90448-4)

- Gorduysus, M., & Avcu, N. (2009). Evaluation of the radiopacity of different root canal sealers. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontology*, 108(3), e135–e140. <https://doi.org/10.1016/j.tripleo.2009.04.016>
- Gurgel-Filho, E. D., Andrade Feitosa, J. P., Teixeira, F. B., Monteiro de Paula, R. C., Araujo Silva, J. B., & Souza-Filho, F. J. (2003). Chemical and X-ray analyses of five brands of dental gutta-percha cone. *International Endodontic Journal*, 36(4), 302–307. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2591.2003.00653.x>
- Gurgel-Filho, E. D., Feitosa, J. P. A., Gomes, B. P. F. A., Ferraz, C. C. R., Souza-Filho, F. J., & Teixeira, F. B. (2006). Assessment of different gutta-percha brands during the filling of simulated lateral canals. *International Endodontic Journal*, 39(2), 113–118. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2006.01054.x>
- Gurgel-Filho, E. D., Silva, E. J. N. L., Gomes, B. P. F. A., Ferraz, C. C. R., Paula, R. C. M., Coutinho-Filho, T. S., & Souza-Filho, F. J. (2012). Correlation between chemical composition and sealing ability of various gutta-percha brands using different filling techniques. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária E Cirurgia Maxilofacial*, 53(3), 153–158. <https://doi.org/10.1016/j.rpemd.2012.04.001>
- Haapasalo, M., Shen, Y., Qian, W., & Gao, Y. (2014). Irrigation in Endodontics. *Dental Clinics of North America*, 54(2), 291–312. <https://doi.org/10.1016/j.cden.2009.12.001>
- Hamza, M. O. Bin, Gufran, K., & Baroudi, K. (2015). Assessment of the potential of CFC (calcium hydroxide flagyl ciprofloxacin) for the rapid disinfection of resilon and gutta-percha. *Journal of Clinical and Diagnostic Research*, 9(10), ZC40–ZC43. <https://doi.org/10.7860/JCDR/2015/13442.6619>
- Johnson, W. T., Kulild, J. C., & Franklin, T. (2016). Obturation of the Cleaned and Shaped Root Canal System. In K. M. Hargreves & L. H. Berman (Eds.), *Cohen's Pathways of the pulp* (11th ed., pp. 280–316). St. Louis, Missouri: Mosby Elsevier.
- Katz, A., Kaffe, I., Littner, M., Tagger, M., & Tamse, A. (1990). Densitometric measurement of radiopacity of gutta-percha cones and root dentin. *Journal of Endodontics*, 16(5), 211–213. [https://doi.org/10.1016/S0099-2399\(06\)81671-7](https://doi.org/10.1016/S0099-2399(06)81671-7)

- Magalhaes, B. S., Johann, J. E., Lund, R. G., Martos, J., & Del Pino, F. A. B. (2007). Dissolving efficacy of some organic solvents on gutta-percha. *Brazilian Oral Research*, 21(4), 303–307. <https://doi.org/10.1590/S1806-83242007000400004>
- Maniglia-Ferreira, C., Gurgel-Filho, E. D., Silva Jr, J. B. A., Paula, R. C. M. de, Feitosa, J. P. A., Gomes, B. P. F. de A., & Souza-Filho, F. J. de. (2007). Brazilian gutta-percha points. Part II: thermal properties. *Brazilian Oral Research*, 21(1), 29–34. <https://doi.org/10.1590/S1806-83242007000100005>
- Maniglia-Ferreira, C., Silva Jr, J. B. A., Paula, R. C. M. de, Feitosa, J. P. A., Cortez, D. G. N., Zaia, A. A., & Souza-Filho, F. J. de. (2005). Brazilian gutta-percha points. Part I: chemical composition and X-ray diffraction analysis Cones nacionais de gutta-percha. Parte I: composição química e análise por difração de raios X. *Braz Oral Res*, 19(3), 193–197. <https://doi.org/S1806-83242005000300007>
- Marciano, J., & Michailesco, P. (1989). Dental gutta-percha : chemical composition , x-ray implications, enthalpic studies, and clinical implications. *Journal of Endodontics*, 15(4), 149–153.
- Moiler, B., & Ørstavik, D. (1984). Chemical and Energy-dispersive X-ray Analyses of Gutta-percha Points. *Journal of Endodontics*, 10(9), 413–416.
- Moorer, W. R., & Genet, J. M. (1982). Antibacterial activity of gutta-percha cones attributed to the zinc oxide component. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology*, 53(5), 508–517. [https://doi.org/10.1016/0030-4220\(82\)90468-6](https://doi.org/10.1016/0030-4220(82)90468-6)
- Motta, P. G., Figueiredo, C. B. O., Maltos, S. M. M., Nicoli, J. R., Ribeiro Sobrinho, A. P., Maltos, K. L. M., & Carvalhais, H. P. M. (2001). Efficacy of chemical sterilization and storage conditions of gutta-percha cones. *International Endodontic Journal*, 34(6), 435–439. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2591.2001.00412.x>
- Nabeshima, C. K., de Lima Machado, M. E., Borges Britto, M. L., & Pallotta, R. C. (2011). Effectiveness of different chemical agents for disinfection of gutta-percha cones. *Australian Endodontic Journal*, 37(3), 118–121. <https://doi.org/10.1111/j.1747-4477.2010.00256.x>
- Ørstavik, D. (2005). Materials used for root canal obturation : technical , biological and clinical testing. *Endodontic Topics*, 12(3), 25–38. <https://doi.org/10.1111/j.1601->

1546.2005.00197.x

- Oyama, K. O. N., Siqueira, E. L., & Santos, M. Dos. (2002). In vitro study of effect of solvent on root canal retreatment. *Brazilian Dental Journal*, 13(3), 208–211.
<https://doi.org/10.1590/S0103-64402002000300014>
- Plotino, G., Cortese, T., Grande, N. M., Leonardi, D. P., Di Giorgio, G., Testarelli, L., & Gambarini, G. (2016). New technologies to improve root canal disinfection. *Brazilian Dental Journal*, 27(1), 3–8. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201600726>
- Prado, M., Gusman, H., Gomes, B. P. F. A., & Simo, R. A. (2011). The importance of final rinse after disinfection of gutta-percha and Resilon cones. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontology*, 111(6), e21–e24.
<https://doi.org/10.1016/j.tripleo.2011.01.014>
- Queiroz, J., Marcho, S., Benetti, P., Tango, R., & Junior, L. (2012). Métodos de caracterização de materiais para pesquisa em odontologia. *Revista Da Faculdade de Odontologia*, 17(1), 106–112.
<https://doi.org/http://dx.doi.org/10.5335/rfo.v17i1.1868>
- Schilder, H., Goodman, A., & Aldrich, W. (1974). The thermomechanical properties of gutta-percha. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology*, 38(1), 109–114.
[https://doi.org/10.1016/0030-4220\(74\)90321-1](https://doi.org/10.1016/0030-4220(74)90321-1)
- Senia, E. S., Marraro, R. V., Mitchell, J. L., Lewis, A. G., Thomas, L., & Antonio, S. (1975). Rapid sterilization of gutta-percha cones with 5.25% sodium hypochlorite. *Journal of Endodontics*, 1(4), 136–140.
- Silveira, F. F., Soares, J. A., Nunes, E., & Mordente, V. L. M. (2007). Negative influence of continuous wave technique on apical sealing of the root canal system with Resilon. *Journal of Oral Science*, 49(2), 121–128.
<https://doi.org/10.2334/josnusd.49.121>
- Siqueira, J. F., da Silva, C. H., Cerqueira M das, D., Lopes, H. P., & de Uzeda, M. (1998). Effectiveness of four chemical solutions in eliminating *Bacillus subtilis* spores on gutta-percha cones. *Endodontics & Dental Traumatology*, 14(3), 124–126.

- Tanomaru-Filho, M., Orlando, T. d A., Bortoluzzi, E. A., da Silva, G. F., & Tanomaru, J. M. G. (2010). Solvent capacity of different substances on gutta-percha and resilon. *Brazilian Dental Journal*, 21(1), 46–49. <https://doi.org/10.1590/S0103-64402010000100007>
- Tomson, R. M. E., Polycarpou, N., & Tomson, P. L. (2014). Contemporary obturation of the root canal system. *British Dental Journal*, 216(6), 315–22. <https://doi.org/10.1038/sj.bdj.2014.205>
- Ul-Hamid, A., Tawancy, H. M., Mohammed, A.-R. I., Al-Jaroudi, S. S., & Abbas, N. M. (2006). Quantitative WDS analysis using electron probe microanalyzer. *Materials Characterization*, 56(3), 192–199. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2005.11.007>
- Uo, M., Wada, T., & Sugiyama, T. (2015). Applications of X-ray fluorescence analysis (XRF) to dental and medical specimens. *Japanese Dental Science Review*, 51(1), 2–9. <https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2014.07.001>
- Young, G., Parashos, P., & Messer, H. (2007). The principles of techniques for cleaning root canals. *Australian Dental Journal*, 52(1), S52–S63. <https://doi.org/10.1111/j.1834-7819.2007.tb00526.x>